



## **SKRIPSI**

# **PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP STRUKTUR DAN ENERGI CELAH PITA PADA KOMPOSIT ZSM-5-TiO<sub>2</sub> YANG DIBUAT DENGAN METODE *NONAQUEOUS SOL GEL***

**DWI JAYANTI PUTRI MAYWONTIANA**  
**012114 40000 062**

**Dosen Pembimbing :**

**Dr. Djoko Hartanto, M. Si.**

**Dr. Afifah Rosyidah, S.Si, M.Si**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS ILMU ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018**



## **SCRIPT**

# **THE EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURE TO STRUCTURE AND BANDGAP OF ZSM-5-TiO<sub>2</sub> COMPOSITE PREPARED BY NONAQUEOUS SOL GEL METHOD**

**DWI JAYANTI PUTRI MAYWONTIANA  
012114 40000 062**

**Advisor Lecturer :**

**Dr. Djoko Hartanto, M. Si.**

**Dr. Afifah Rosyidah, S.Si, M.Si**

**CHEMISTRY DEPARTEMENT  
FACULTY OF SCIENCE  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018**

**PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP STRUKTUR  
DAN ENERGI CELAH PITA PADA KOMPOSIT  
ZSM-5-TiO<sub>2</sub> YANG DIBUAT DENGAN METODE  
*NONAQUEOUS SOL GEL***

**SKRIPSI**

Disusun sebagai syarat untuk menyelesaikan program S-1  
Departemen Kimia  
Fakultas Ilmu Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember  
Surabaya

Disusun Oleh :

**DWI JAYANTI PUTRI MAYWONTIANA**  
**NRP. 012114 40000 062**

**DEPARTEMEN KIMIA  
FAKULTAS ILMU ALAM  
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER  
SURABAYA  
2018**

## HALAMAN PENGESAHAN

# PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP STRUKTUR DAN ENERGI CELAH PITA PADA KOMPOSIT ZSM-5-TiO<sub>2</sub> YANG DIBUAT DENGAN METODE *NONAQUEOUS SOL GEL*

## SKRIPSI

Oleh :

**DWI JAYANTI PUTRI MAYWONTIANA**

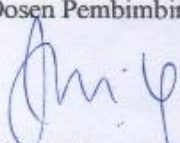
**NRP. 012114 40000 062**

Surabaya, 02 Agustus 2018

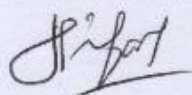
Menyetujui,

Dosen Pembimbing I

Dosen Pembimbing II

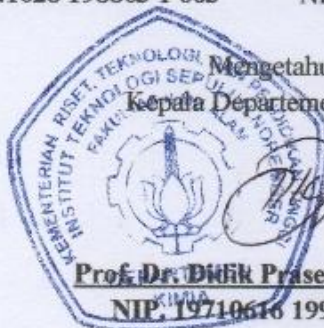
  
**Dr. Djoko Hartanto, M.Si.**

**NIP. 19621028 198803 1 003**

  
**Dr. Afifah Rosyidah, S.Si., M.Si.**

**NIP. 19730112 199802 2 001**

Mengetahui,  
Kepala Departemen Kimia,



**Prof. Dr. DWIK Prasetyoko, M. Sc.**

**NIP. 19710616 199703 1 002**

*Skripsi ini saya persembahkan untuk,*

*Saya , dan Keluarga tercinta saya*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur ke hadirat Allah SWT yang telah memberikan rahmat, taufik, dan hidayah-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan tugas akhir yang berjudul “**Pengaruh Suhu Kalsinasi terhadap Struktur dan Energi Celah Pita pada Komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> yang Dibuat dengan Metode *Nonaqueous Sol Gel***” dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini terwujud berkat bimbingan, bantuan dan dukungan dari berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada:

1. Dr. Djoko Hartanto, M.Si, dan Dr. Afifah Rosyidah, S. Si., M.Si. selaku dosen pembimbing yang senantiasa memberikan motivasi dan bimbingan selama proses penelitian dan penulisan naskah.
2. Prof. Hadi Nur Ph.D., yang telah memberi masukan serta membantu dalam fasilitas mengenai riset ini.
3. Dra. Ani Iryani, M.Si, Riskaviana, S.Pd. , Agung Bagus, Denny O. K. Wardhana selaku *partner* se-penelitian saya.
4. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc, selaku Kepala Departemen Kimia ITS yang telah membantu secara administrasi.
5. Drs.Muhammad Nadjib, MS., selaku dosen wali saya.
6. Semua pihak yang telah membantu yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu

Jika terdapat kesalahan dalam penulisan naskah ini, diharapkan saran dan kritik untuk meningkatkan kualitas dan perbaikan lebih lanjut. Semoga skripsi ini dapat memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Penulis

**PENGARUH SUHU KALSINASI TERHADAP STRUKTUR  
DAN ENERGI CELAH PITA PADA KOMPOSIT ZSM-5-  
TiO<sub>2</sub> YANG DIBUAT DENGAN METODE *NONAQUEOS*  
*SOL GEL***

**Nama** : Dwi Jayanti Putri Maywontiana  
**NRP** : 01211440000062  
**Departemen** : Kimia  
**Pembimbing** : Dr. Djoko Hartanto, M. Si.  
Dr. Afifah Rosyidah, S.Si, M.Si

**ABSTRAK**

Sintesis komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT) melalui metode *nonaqueos sol gel* dilakukan dengan variasi suhu kalsinasi 300, 400, dan 500 °C untuk mengetahui pengaruh suhu kalsinasi terhadap struktur dan energi celah pita komposit. Komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> disintesis dengan cara melarutkan Titanium (IV) Isopropoksida (TTIP) ke dalam pelarut 2-propanol (1:7), kemudian ditambahkan ZSM-5. Variasi kalsinasi dilakukan selama 3 jam pada variasi suhu kalsinasi 300, 400, dan 500 °C. Karakterisasi sampel dilakukan menggunakan XRD, FTIR, SEM, UV-Vis DRS. Hasil penelitian menunjukkan bahwa, karakterisasi XRD semakin tinggi suhu kalsinasi, kristalinitas meningkat dan fasa anatase mulai terbentuk pada suhu 400 °C pada  $2\theta = 25,42^\circ$  (ZT400) dan  $25,48^\circ$  (ZT500). Hasil FTIR menunjukkan adanya pergeseran puncak serapan pada puncak khas ZSM-5 451,36 (vibrasi tekuk T-O) yang menunjukkan telah terbentuknya ZSM-5-TiO<sub>2</sub>. Hasil UVDR menunjukkan adanya perubahan nilai energi celah pita lebih tinggi daripada TiO<sub>2</sub> murni yaitu 3,36 (ZT300), 3,33 (ZT400), 3,19 (ZT500). Hal ini menunjukkan bahwa, suhu kalsinasi memberikan pengaruh terhadap struktur dan energi celah pita ZT.

**Kata Kunci** : Energi celah pita, sol gel, TiO<sub>2</sub>, ZSM-5

# **THE EFFECT OF CALCINATION TEMPERATURE TO STRUCTURE AND BANDGAP OF ZSM-5-TiO<sub>2</sub> COMPOSITE PREPARED BY NONAQUEOUS SOL GEL METHOD**

**Name : Dwi Jayanti Putri Maywontiana**  
**Student No. : 01211440000062**  
**Departement : Chemistry**  
**Advisor : Dr. Djoko Hartanto, M.Si.**  
**Dr. Afifah Rosyidah, S.Si, M.Si**

## **ABSTRACT**

Synthesis of ZSM-5-TiO<sub>2</sub> composite through nonaqueous sol gel method with variation of calcination temperature 300, 400, 500 °C to determine the effect of calcination temperature on structure, phase composition, and energy of band gap composite. ZSM-5-TiO<sub>2</sub> composite was synthesized by dissolving Titanium (IV) Isopropoxide (TTIP) into 2-propanol (1: 7) and stirring for 10 min, then adding ZSM-5 while stirring for 1.5h until the solution became homogeneous. Then calcined for 3h at a temperature variation of calcination 300, 400, and 500 °C. Characterization of the samples was performed using XRD, FTIR, SEM, UV-Vis DRS. The results showed that, characterization of XRD the higher the calcination temperature, the crystallinity increased and the anatase phase began to form at 400 ° C at  $2\theta = 25.42^\circ$  (ZT400) and  $25.48^\circ$  (ZT500). FTIR results in the presence of SM SM SM SM ZSM-5 451,36 (vibration bend T-O) which shows the formation of ZSM-5-TiO<sub>2</sub>. The average UVDR yield of the bands' high energy bandwidth is higher than pure TiO<sub>2</sub>, it is 3.36 (ZT300), 3.33 (ZT400), 3.19 (ZT500). This indicates that, climate has an effect on the structure and energy bandgap of ZT.

**Keywords:** Bandgap, sol gel, TiO<sub>2</sub>, ZSM-5.



## DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL .....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	iv
KATA PENGANTAR .....	vi
ABSTRAK.....	vii
ABSTRACT.....	viii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR .....	xi
DAFTAR TABEL.....	xiii
BAB I.....	1
PENDAHULUAN .....	1
1.1    Latar Belakang .....	1
1.2    Rumusan Masalah .....	3
1.3    Batasan Masalah .....	3
1.4    Tujuan .....	4
1.5    Manfaat .....	4
BAB II.....	5
TINJAUAN PUSTAKA .....	5
2.1    Titanium Dioksida (TiO <sub>2</sub> ) .....	5
2.2    Struktur Kristal TiO <sub>2</sub> .....	6
2.3    Modifikasi TiO <sub>2</sub> .....	9
2.3.1    Komposit dengan Nano Material .....	9
2.4    ZSM-5 .....	10
2.5    Nanokomposit .....	11
2.6    Metode Sol Gel .....	12
2.6.1 <i>Nonaqueous Sol Gel</i> .....	13
2.7    Metode Karakterisasi .....	13
2.7.1    Difraksi Sinar-X (XRD).....	13
2.7.2    Spektrofotometer FTIR .....	15

2.7.3	UV-Vis Diffuse Reflectance (UV-Vis DR) .....	17
2.7.4	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) .....	19
BAB III .....		22
METODOLOGI PENELITIAN.....		23
3.1	Alat dan Bahan.....	23
3.1.1	Alat.....	23
3.1.2	Bahan .....	23
3.2	Prosedur Kerja .....	23
3.2.1	Sintesis komposit ZSM-5-TiO <sub>2</sub> .....	23
3.3	Karakterisasi Material Hasil Sintesis .....	24
3.3.1	Difraksi Sinar X (XRD) .....	24
3.3.2	Spektrofotometer <i>Fourier Transform Infrared</i> (FTIR) .....	24
3.3.3	<i>UV-vis Diffuse Reflectance</i> (UVDR) .....	24
3.3.4	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) .....	25
BAB IV .....		27
HASIL DAN PEMBAHASAN.....		27
4.1	Sintesis Komposit ZSM-5-TiO <sub>2</sub> .....	27
4.2	Hasil Karakterisasi .....	28
4.2.1	<i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	28
4.2.2	Spektrofotometer Infra Merah (FTIR) .....	30
4.2.3	<i>UV-vis Diffuse Reflectance</i> (UVDR) .....	32
4.2.4	<i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM) .....	34
BAB V .....		37
KESIMPULAN.....		37
5.1	Kesimpulan .....	37
5.2	Saran .....	37
DAFTAR PUSTAKA .....		39
LAMPIRAN.....		45

## DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. 1 Ilustrasi berbagai spesi titanium dan keadaan elektronik .....	2
Gambar 2. 1 Mekanisme fotokatalis .....	6
Gambar 2. 2 Struktur anatase $\text{TiO}_2$ . Pemodelan kristal menggunakan Ball and Stick 8.1 (BS).....	7
Gambar 2. 3 Struktur rutil $\text{TiO}_2$ . Pemodelan kristal menggunakan Ball and Stick 8.1 (BS).....	8
Gambar 2. 4 Diagram fasa anatase dan rutile dari $\text{TiO}_2$ .....	8
Gambar 2. 5 Skema Probabilitas Eksitasi Elektron Dari Fotokatalis a) $\text{TiO}_2$ murni, b) pemendekan celah energi, c) $\text{TiO}_2$ dengan oksigen vakansi, d) doping non-logam, e) koeksis doping non-logam dan vakansi oksigen .....	9
Gambar 2. 6 Kerangka zeolit ZSM-5.....	11
Gambar 2. 7.Tahapan proses sol gel .....	12
Gambar 2. 8 Peristiwa Difraksi Sinar-X .....	14
Gambar 2. 9 Difaktrogram ZSM-5 .....	15
Gambar 2. 10 Difraktogram $\text{TiO}_2$ .....	15
Gambar 2. 11 Spektrum FTIR ZSM-5 .....	17
Gambar 2. 12 Transisi dasar dari semikonduktor .....	18
Gambar 2. 13 Spektra UVDRS $\text{TiO}_2$ .....	19
Gambar 2. 14 Berkas elektron berenergi tinggi mengenai permukaan material.....	20
Gambar 2. 15 Pelapisan pada permukaan isolator .....	20
Gambar 2. 16 Morfologi ZSM-5.....	21
 Gambar 4. 1 Mereaksikan TTIP dengan 2-propanol sebagai prekursor $\text{TiO}_2$ .....	 28

Gambar 4. 2 Difraktogram XRD ZSM-5, ZT300, ZT400, dan ZT500 .....	29
Gambar 4. 3 Spektra FTIR komposit ZSM-5-TiO <sub>2</sub> dengan variasi suhu kalsinasi 300, 400, dan 500 °C.....	31
Gambar 4. 4 Hasil Karakterisasi UVDRS (a)ZSM-5 (b)TiO <sub>2</sub> (c)ZT500 (d)ZT400 (e)ZT300.....	33
Gambar 4. 5 Karakterisasi SEM (a)ZSM-5 komersial Si/Al 50 (b)ZT300 (c)ZT400 (d)ZT500.....	35

## DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Data zeolit ZSM-5.....	10
Tabel 2. 2 Daerah Spektrum Infra Merah .....	16
Tabel 4. 1 Kristalinitas dan ukuran kristal komposit ZSM-5-TiO <sub>2</sub> 30	
Tabel 4. 2 Puncak serapan FTIR.....	32
Tabel 4. 3 Energi Celah Pita (bandgap) hasil komposit.....	33



# BAB I

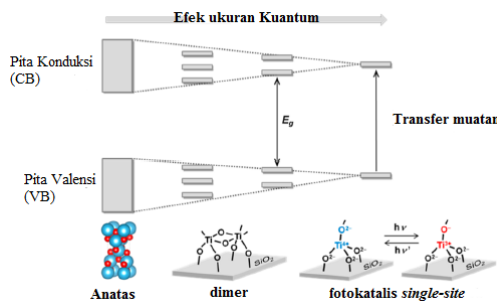
## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

Fotokatalis memiliki sifat reduksi oksidasi yang kuat, ikatan kimianya stabil terhadap cahaya dan tidak larut dalam air (Aliah, dkk., 2012). Selain itu fotokatalisis dapat diartikan sebagai proses kombinasi antara fotokimia dan katalis, yaitu reaksi kimia yang melibatkan cahaya sebagai pemicunya dan katalis yang mempercepat reaksi tersebut. Proses fotokatalisis terjadi ketika material semikonduktor dikenai cahaya yang memiliki energi sama atau lebih besar dari energi celah pita, akibatnya terjadi proses eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi (Castellote, dkk., 2011).

Salah satu fotokatalis yang banyak digunakan adalah Titanium dioksida yang merupakan material semikonduktor tidak bersifat toksik, harga relatif murah, stabilitas kimia yang sangat baik, stabilitas termal yang cukup tinggi, aktivitas fotokatalitik yang tinggi (Choi, dkk., 2009).  $\text{TiO}_2$  memiliki kemampuan dapat digunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas katalitiknya (Fatimah, 2009). Disisi lain, celah pita (*bandgap*) yang dimiliki  $\text{TiO}_2$  cukup lebar dengan struktur anatase yaitu sekitar 3,2 eV yang setara dengan sinar UV (Effendi, 2012). Fotokatalis yang hanya mengandung  $\text{TiO}_2$  (*bulk*) serta bekerja pada sinar UV, perlu dilakukan peningkatan efektivitasnya sebagai fotokatalis agar lebih efisien dibawah sinar UV, yaitu dengan penambahan pendukung (*support*) berpori pada  $\text{TiO}_2$  seperti silika mesopori heksagonal (HMS) (Zhuang, dkk., 2010) atau zeolit (Tawari, dkk., 2016). Penambahan zeolit pada  $\text{TiO}_2$  menjadikan bagian atom dari  $\text{TiO}_2$  dapat terisolasi dalam silika matriks zeolit atau silika mesopori, fotokatalis ini dinamakan “*single site*”. Jenis fotokatalis “*single site*” dapat menunjukkan sifat fotokatalik yang unik dan efisien

dibandingkan dengan fotokatalis yang hanya mengandung  $\text{TiO}_2$ , yaitu kemampuan oksidasi dan reduksi pada sinar UV meningkat karena diskristisasi (memecah) tingkat energi seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1.1. Selain itu zeolit sebagai pendukung berpori dapat meningkatkan luas permukaan, sifat hidrofilik atau hidrofobik (Zhang, dkk., 2000), serta diharapkan dapat menunjukkan efek adsorpsi sehingga memfasilitasi proses difusi substansi (Schneider, dkk., 2014). Salah satu bahan zeolit yang dapat digunakan untuk modifikasi  $\text{TiO}_2$  dengan spesifikasi yang tinggi adalah ZSM-5, karena mudah dibuat menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Hartanto (Hartanto, dkk., 2016) serta pembentukan agregat relatif mudah (Hartati, dkk., 2016).



Gambar 1. 1 Ilustrasi berbagai spesi titanium dan keadaan elektronik (Schneider, dkk., 2014)

Metode sintesis yang digunakan untuk mensintesis komposit ZSM-5- $\text{TiO}_2$  adalah metode sol gel, karena metode sol-gel memiliki potensi homogenitas yang tinggi, berlangsung pada suhu ruang, menghasilkan interaksi yang lebih kuat antara semikonduktor dengan material penyangga. Tahap metode sintesis sol-gel yaitu hidrolisis, kondensasi, pengeringan dan kalsinasi (Londeree, 2002),. Kalsinasi merupakan tahap pemanasan untuk memperkuat struktur permukaan fotokatalis dan menghilangkan pengotor-pengotor yang ada dalam katalis, suhu kalsinasi dapat mempengaruhi fasa dan ukuran kristal (Zhang, 2001).



Pada penelitian ini dilakukan sintesis komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT) menggunakan metode *nonaqueous sol gel*, metode tanpa penambahan air (*nonaqueous*) selama proses sintesis, yaitu guna mengendalikan proses hidrolisis Titanium (IV)Isopropoksida (TTIP) sebagai prekursor TiO<sub>2</sub> yang umumnya terjadi sangat cepat. Kemudian dilakukan variasi suhu kalsinasi 300, 400, dan 500 °C, hal ini dilakukan untuk pembentukan struktur pada TiO<sub>2</sub> dan energi celah pita pada komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT).

## **1.2 Rumusan Masalah**

Pembuatan komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> merupakan salah satu cara untuk meningkatkan kinerja fotokatalis TiO<sub>2</sub>. Sintesis komposit tersebut dapat dilakukan dengan metode sol gel tanpa penambahan air dalam reaktan. Namun dalam proses sintesis ini, suhu kalsinasi merupakan salah satu faktor penting untuk menentukan pembentukan TiO<sub>2</sub> dari prekusornya karena suhu kalsinasi dapat mempengaruhi struktur kristal TiO<sub>2</sub>. Oleh karena itu suhu kalsinasi perlu dipelajari lebih lanjut untuk mengetahui pengaruh pada karakteristik struktur dan energi celah pita (*bandgap*)

## **1.3 Batasan Masalah**

Sintesis Komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT) pada penelitian ini dilakukan dengan metode sol gel tanpa penambahan air (*nonaqueous sol gel*) dalam reaktan dan dilakukan variasi suhu kalsinasi 300, 400, dan 500 °C. Material hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *X-Ray Diffraction* (XRD), *Fourier Transform Infrared* (FTIR), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *UV-vis Diffuse Reflectance* (UVDR).

#### **1.4 Tujuan**

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan informasi pengaruh suhu kalsinasi terhadap karakteristik struktur dan energi celah pita (*bandgap*) komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub>.

#### **1.5 Manfaat**

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi ilmiah mengenai pengaruh suhu kalsinasi terhadap sintesis komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT) pada suhu kalsinasi 300, 400, dan 500 °C.

## **BAB II**

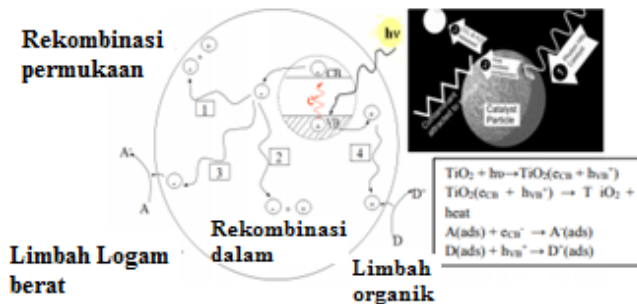
### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Titanium Dioksida ( $\text{TiO}_2$ )**

Titanium dioksida merupakan material semikonduktor berukuran nano, yang dikenal sebagai fotokatalis. Selain itu, diantara oksida logam yang lain, titanium dioksida dikenal tidak beracun (*non toxic*), stabilitas termal cukup tinggi, dan kemampuannya dapat digunakan berulang kembali tanpa kehilangan sifat katalitiknya, dapat menyerap sinar UV dengan baik, bersifat inert dalam reaksi, memiliki kemampuan oksidasi yang tinggi dan secara umum  $\text{TiO}_2$  memiliki aktivitas fotokatalisis yang lebih tinggi daripada fotokatalis yang lain seperti  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CdS}$ ,  $\text{WO}_2$  dan  $\text{SnO}_2$  (Okamoto, dkk., 1985). Titanium dioksida dapat melakukan hidrolisis yaitu memecah air menjadi hidrogen dan oksigen. Dalam proses fotokatalis, semikonduktor  $\text{TiO}_2$  memerlukan serapan energi yang lebih besar dari selang energinya. Aktivitas fotokatalis ini membutuhkan penyerapan sinar UV untuk membentuk dua pasang elektron dan lubang (*hole*). Elektron yang tereksitasi pada pita konduksi dan lubang yang terdapat pada pita valensi dapat bergabung kembali dan mengubah input energi menjadi panas atau terperangkap pada permukaan yang stabil. Gabungan elektron yang diadsorpsi pada permukaan semikonduktor atau sekitar medan listrik muatan partikel bisa juga menjadi pengubah input energi (Banerjee, dkk., 2006).

Pada Gambar 2.1 menjelaskan absorpsi foton dan pasangan elektron-lubang ( $h^+$ ) serta migrasi elektron dan lubang, (1) dan (2) merupakan proses rekombinasi elektron-lubang pada permukaan, (3) reduksi akseptor elektron, (4) oksidasi donor elektron. Energi absorpsi foton akan mengakibatkan elektron tereksitasi dari pita valensi ke pita konduksi sehingga terjadi transfer elektron ke

molekul oksigen membentuk ion radikal superoksida ( $\text{*O}_2$ ) dan transfer elektron dari molekul air ke lubang pita valensi membentuk radikal hidroksil ( $\text{*OH}$ ) (Sitorus, 2013).



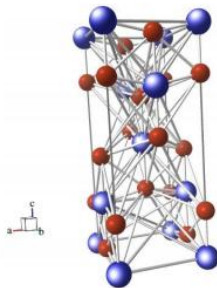
Gambar 2. 1 Mekanisme fotokatalis (Banerjee, dkk., 2006)

Fotokatalis yaitu bahan yang berfungsi mempercepat reaksi yang diinduksi oleh cahaya,  $\text{TiO}_2$  memiliki sifat semikonduktor yang mempunyai struktur elektronik yang dikarakterisasi oleh adanya pita valensi terisi dan pita konduksi yang kosong. Diantara kedua pita tersebut terdapat celah, yaitu *bandgap* sebesar 3,2 eV untuk fasa anatase dan 3,0 eV untuk fasa rutil.  $\text{TiO}_2$  dalam fasa anatase memiliki luas permukaan yang lebih besar dan ukuran yang lebih kecil dibanding rutil (Matthews, 1992).

## 2.2 Struktur Kristal $\text{TiO}_2$

$\text{TiO}_2$  dibuat dari ilmenite dan rutil, yang menghasilkan dua bentuk alotropi atau bentuk struktur kristal yang berbeda dari unsur yang sama, yaitu anatase dan rutil.  $\text{TiO}_2$  memiliki tiga fasa polymorfik yaitu rutil (tetragonal,  $4,120 \text{ g/cm}^3$ ), anatase (tetragonal,  $3,894 \text{ g/cm}^3$ ), dan brookite ( $4,120 \text{ g/cm}^3$  orthorombik). Fasa anatase dan rutil memiliki struktur kristal tetragonal (Zhang, dkk., 2011). Pada proses fotokatalisis fasa rutil maupun anatase dapat digunakan namun dalam aplikasinya anatase memiliki potensi

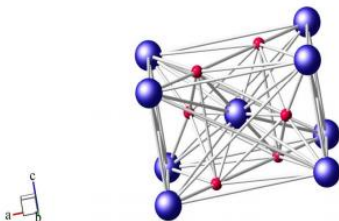
yang paling besar untuk digunakan sebagai fotokatalis (Tanaka, dkk., 1991) karena memiliki struktur kisi yang sesuai dengan aktivitas fotokatalis yang tinggi. Struktur rutil lebih stabil pada suhu tinggi dan anatase pada suhu rendah. Struktur rutil dan anatase dapat digambarkan dengan  $\text{TiO}_6$  oktahedral, di mana setiap ion  $\text{Ti}^{4+}$  dikelilingi oleh enam ion  $\text{O}^{2-}$ . Struktur anatase dan rutil digambarkan pada Gambar 2.2 dan 2.3. Perbedaan dari kedua struktur kristalin terletak pada distorsi struktur oktahedronnya. Pada rutil, struktur oktahedronnya sedikit distorsi orthorhombik. Sementara anatase, distorsi jauh lebih besar, sehingga strukturnya kurang simetris dibandingkan orthorhombik.



$$a = 4.493 \text{ \AA}$$

$$c = 2.959 \text{ \AA}$$

Gambar 2. 2 Struktur anatase  $\text{TiO}_2$  (Howard, dkk., 1991).  
Pemodelan kristal menggunakan Ball and Stick 8.1  
(BS) (Ozawa & Kang, 2004).

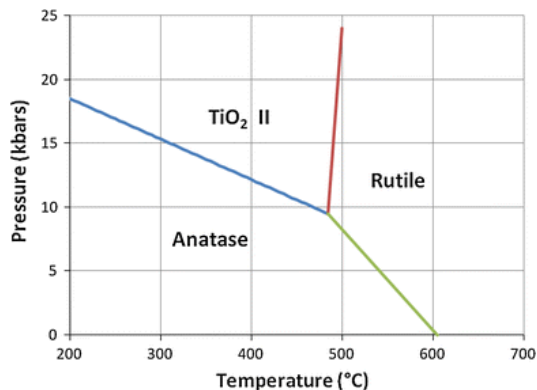


$$a = 3.784 \text{ \AA}$$

$$c = 9.515 \text{ \AA}$$

Gambar 2. 3 Struktur rutil  $\text{TiO}_2$  (Howard, dkk., 1991). Pemodelan kristal menggunakan Ball and Stick 8.1 (BS) (Ozawa & Kang, 2004).

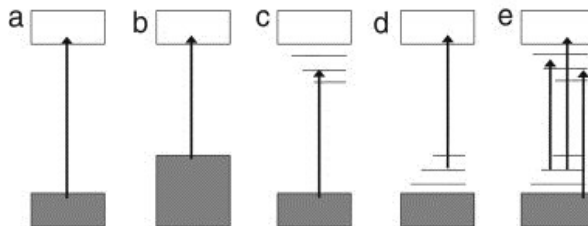
Beberapa aplikasi struktur rutil lebih banyak digunakan daripada anatase karena memiliki sifat fisik yang unik misalnya berkilau, keras dan tahan terhadap korosi. Sel satuan pada rutil adalah tetragonal dengan atom-atom logam terletak pada sudut-sudutnya. Struktur rutil dari  $\text{TiO}_2$  pada umumnya dapat digambarkan sebagai suatu distorsi barisan oksida heksagonal tertutup dengan setengah dari oktahedral diduduki oleh atom Ti. Struktur brokit dari  $\text{TiO}_2$  mengkristal dalam struktur orthorombik, yang memiliki simetri yang polimorf (memiliki struktur kristal yang tidak teratur) dan akan berubah menjadi fasa rutil pada temperatur sekitar  $750^\circ\text{C}$  (Chen, dkk., 2008). Pada Gambar 2.4 menunjukkan bahwa untuk mendapatkan fasa anatase akan lebih mudah, yaitu pada tekanan normal dan suhu lebih rendah.



Gambar 2. 4 Diagram fasa anatase dan rutile dari  $\text{TiO}_2$  (Hanaor & Sorrell, 2011)

### 2.3 Modifikasi TiO<sub>2</sub>

Sinar ultraviolet (UV) dalam komposisi sinar matahari kisaran 4-5%, sedangkan komposisi sinar tampak kisaran 40% dari total foton cahaya matahari. Sehingga pemakaian TiO<sub>2</sub> murni untuk fotokatalis memiliki efisiensi yang cukup rendah karena lebar pita energi TiO<sub>2</sub> sebesar 3,2 eV yang hanya bekerja pada daerah sinar UV (Effendi, 2012). Pada Gambar 2.5 menunjukkan probabilitas eksitasi yang terjadi dari TiO<sub>2</sub> sebagai fotokatalis, oleh karena itu untuk meningkatkan efisiensi kinerja fotokatalisi TiO<sub>2</sub> dilakukan modifikasi pada TiO<sub>2</sub>.



Gambar 2. 5 Skema Probabilitas Eksitasi Elektron Dari Fotokatalis  
a) TiO<sub>2</sub> murni, b) pemendekan celah energi, c) TiO<sub>2</sub> dengan oksigen vakansi, d) doping non-logam, e) koeksis doping non-logam dan vakansi oksigen (Fujishima, dkk., 2008)

#### 2.3.1 Komposit dengan Nano Material

Penambahan material lain dapat merubah sifat fotokatalis dari TiO<sub>2</sub>, yaitu sebagai komposit TiO<sub>2</sub>. Beberapa padatan dapat membentuk komposit dengan TiO<sub>2</sub>. Penelitian yang telah dilakukan, antara lain membuat komposit dengan zeolit. Zeolit merupakan material yang memiliki stabilitas fotokimia, luas permukaan dengan sisi aktif dan dapat bekerja pada radiasi sinar UV-Vis. Sehingga zeolit merupakan bahan alternatif sebagai pendukung fotokatalis TiO<sub>2</sub> (Chong, dkk., 2015).

Pada penelitian Tawari (2016) telah dilakukan sintesis komposit  $\text{TiO}_2$  dan ZSM-5 dan dihasilkan interaksi  $\text{TiO}_2$  yang baik dengan permukaan zeolit dengan metode sol gel, dan diaplikasikan sebagai fotokatalis oksidasi NO. Hasil struktur pori ZSM-5 dengan  $\text{TiO}_2$  menunjukkan peningkatan kinerja fotokatalitik (Tawari, dkk., 2016). Adanya penambahan  $\text{TiO}_2$  dengan nano material dapat meningkatkan kinerja fotokatalitik dari  $\text{TiO}_2$ .

## 2.4 ZSM-5

*Zeolite Socony Mobile-5* (ZSM-5) merupakan salah satu zeolit *framework* tipe MFI, dengan rumus umum  $\text{Na}_n(\text{AlO}_2)_n(\text{SiO}_2)_{96-n} \cdot 16\text{H}_2\text{O}$  dan memiliki rasio Si/Al dari 10 hingga ratusan. Data mengenai zeolit ZSM-5 dari *International Zeolite Assosiation* (IZA) ditunjukkan pada Tabel 2.1 sebagai berikut:

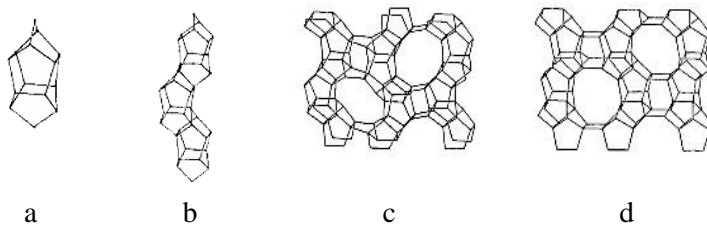
Tabel 2. 1 Data zeolit ZSM-5 (Sumber <http://asia.iza-structure.org/IZA-SC>).

Crystal chemical data	$[\text{Na}_n (\text{H}_2\text{O})_{16}] [\text{Al}_n\text{Si}_{96-n}\text{O}_{192}]\text{-MFI}$ , $n < 27$ orthorhombic
Cell parameters	$a = 20.07\text{\AA}$ , $b = 19.92\text{\AA}$ , $c = 13.42\text{\AA}$
	$\alpha = 90.0^\circ$ , $\beta = 90.0^\circ$ , $\gamma = 90.0^\circ$
Frameworks density	$17.9 \text{ T}/1000\text{\AA}^3$
Channel System	$\{[100] \ 10 \ 5.1 \times 5.5 \ [010] \ 10 \ 5.3 \times 5.6\}^{***}(3\text{-dimensional})$

Zeolit ZSM-5 memiliki pori sedang antara 0,45-0,65 nm. ZSM-5 dibentuk oleh dua jenis sistem pori cincin 10 oksigen, tipe pertama yaitu saluran lurus dengan lubang seperti elips dengan luas 0,55 x 0,51 nm. Tipe kedua adalah saluran sinusoidal yang tegak lurus dengan saluran pertama dengan luas 0,56x0,54 nm (Bekkum, dkk., 1991). Kerangka ZSM-5 terdiri dari sebuah konfigurasi ikatan tetrahedral silika yang ditunjukkan pada Gambar 2.6a dan memiliki 8 cincin segi 5 atau dikenal dengan struktur MFI 5-1. Unit-unit



terkecil ZSM-5 tersebut dapat mengalami penggabungan secara bersambung pada sisinya dan terlihat pada Gambar 2.6b. Rangkaian ini akan terkoneksi membentuk lapisan dan lapisan lapisan tersebut terikat bersama dan membentuk struktur kerangka tiga dimesi. Kemudian kerangka tersebut akan terikat sepanjang sumbu z, dan lapisan paralel 010 ditunjukkan pada Gambar 2.6c dan 2.6d.



Gambar 2. 6 Kerangka zeolit ZSM-5  
(Hartanto, dkk., 2016; Kokotailo, dkk., 1978)

## 2.5 Nanokomposit

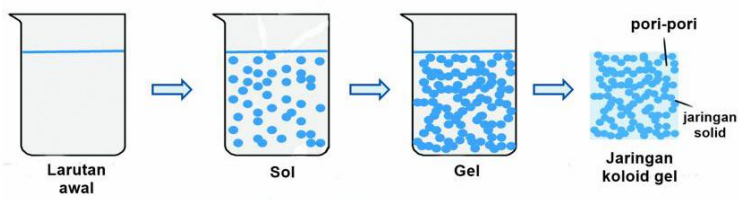
Nanokomposit merupakan material pada multi fase, yaitu memiliki lebih dari satu dimensi yang kurang dari 100 nanometer, atau struktur padat dengan dimensi berskala nanometer yang berulang pada jarak antara bentuk oentusun struktur yang berbeda. Material jenis ini terdiri dari padatan anorganik yang tersusun atas komponen organik. Ikatan antar partikel yang terjadi pada material nanokomposit berfungsi sebagai peningkatan dan pembatasan sifat material. Partikel-partikel yang berukuran nano mempunyai luas permukaan interaksi yang tinggi. Makin banyak partikel yang berinteraksi maka makin kuat pula material dari segi sifat mekanik, listrik, optik, katalis dan struktur yang berbeda dibandingkan dengan material penyusunnya (Hadiyawarman, dkk., 2008).

Dengan mendesain partikel nano dalam komposit, memungkinkan untuk meningkatkan sifat katalis dari fotokatalis.

Partikel-partikel berukuran nano memiliki luas permukaan interaksi yang tinggi, dan kinerja tinggi dari katalis.

## 2.6 Metode Sol Gel

Metode sol gel merupakan proses terjadinya perubahan sol menjadi gel melalui tahap hidrolisis, gelasi, penuaan dan pengeringan (Hench & West, 1990). Sol adalah padatan yang tersebar atau tersuspensi kedalam larutan membentuk partikel koloid. Gel adalah jaringan kaku yang saling berhubungan yang memiliki pori pori (Hench & West, 1990; Brinker, dkk., 1990) Metode sol gel dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2. 7.Tahapan proses sol gel (Feinle, dkk., 2015)

Tahapan pertama metode sol gel, yaitu pencampuran. Pada tahap ini sol dibentuk dengan mencampurkan partikel koloid ke dalam pelarut, hal ini biasanya disebut sebagai hidrolisis. Dalam hal ini prekursor alkoksida dihidrolisis menggunakan air. Tahap kedua, partikel koloid akan berinteraksi dengan prekursor membentuk jaringan tiga dimensi berupa gel. Perubahan bentuk menjadi gel ini menunjukkan peningkatan viskositas yang tinggi, pada tahap ini disebut gelasi. Tahap ketiga, yaitu pengeringan dimana zat cair dihilangkan dari jaringan yang mengikat pori-pori (Hench & West, 1990).

### 2.6.1 *Nonaqueous Sol Gel*

*Nonaqueous* merupakan metode yang umumnya digunakan untuk sintesis nanokristal oksida dengan tidak melibatkan air kedalam reaktan. Proses hidrolisis dalam sol gel biasanya terjadi sangat cepat dan sulit untuk memodulasi, sehingga ketika air tidak ditambahkan selama proses sintesis, maka hidrolisis dan kondensasi umumnya dapat dikendalikan karena reaksi yang terjadi cenderung melambat (Cargnello, dkk., 2014).

## 2.7 Metode Karakterisasi

### 2.7.1 Difraksi Sinar-X (XRD)

*X-Ray Diffraction* merupakan salah satu metode karakterisasi untuk mengetahui struktur kristal suatu material. Prinsip dari karakterisasi XRD adalah pantulan sinar-X. Sinar-X merupakan gelombang elektromagnetik dengan panjang gelombang 0,01-100 Å. Sinar-X yang sejajar dan monokromatik yang ditembakkan pada suatu bidang kristal dengan sudut  $\theta$  akan dipantulkan sehingga jarak antar bidang  $d_{hkl}$  dapat dihitung dengan Persamaan Bragg :

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (2.1)$$

Keterangan

$n$  = orde difraksi (1,2,3,... dst)

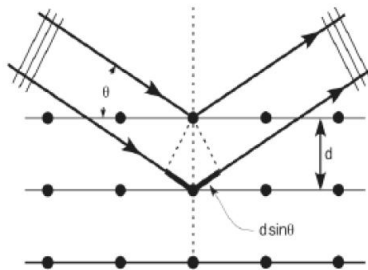
$\lambda$  = panjang gelombang sinar-X

$d$  = jarak antar kisi kristal dan

$\theta$  = sudut sinar datang

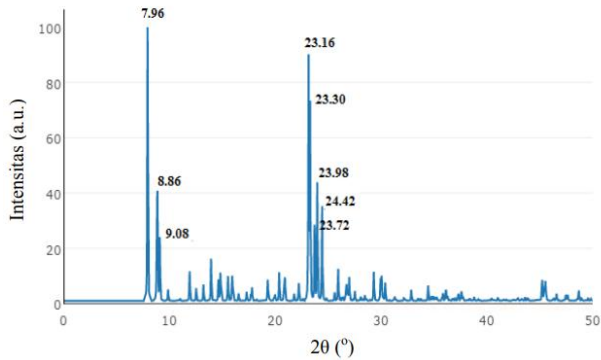
Peristiwa difraksi sinar-X pada bidang kristal tersebut dapat digambarkan seperti Gambar 2.8. Pola difraksi di-plotkan berdasarkan intensitas puncak yang menyatakan parameter kisi kristal atau indeks Miller ( $hkl$ ) sebagai fungsi  $2\theta$  dengan  $\theta$  merupakan sudut difraksi sesuai persamaan Bragg. Penentuan kesesuaian struktur kristal dapat dilakukan dengan membandingkan

setiap puncak yang muncul pada difraktogram material yang disintesis dengan  $2\theta$  pada difraktogram referensi. Jika semua puncak sesuai dengan referensi maka dapat ditentukan bahwa material tersebut memiliki struktur yang sesuai referensi (Rahman, S dan Toifur, M, 2016).

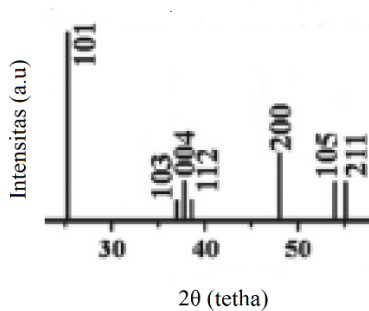


Gambar 2. 8 Peristiwa Difraksi Sinar-X (Rahman, S dan Toifur, M, 2016)

Zeolit ZSM-5 memiliki difraktogram standar yang digunakan sebagai identifikasi. Puncak-puncak karakteristik khas dari zeolit ZSM-5 yaitu pada  $2\theta = 7.96, 8.86, 9.08, 23.16, 23.30$ , dan  $23.98^\circ$ . Difraktogram ZSM-5 berdasarkan *International Zeolit Association* (IZA) ditunjukkan pada Gambar 2.9. Difraktogram Titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ) memiliki puncak standart seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.10, yaitu fasa anatase pada  $2\theta = 25, 37$ , dan  $48^\circ$ .



Gambar 2. 9 Difaktrogram ZSM-5 (Sumber :IZA)



Gambar 2. 10 Difraktogram  $\text{TiO}_2$  (Cargnello, dkk., 2014)

### 2.7.2 Spektrofotometer FTIR

Spektrofotometer IR merupakan jenis spektrokopi untuk mengidentifikasi gugus fungsi yang ada dalam suatu senyawa dengan daerah dengan bilangan gelombang. 12800 hingga  $10\text{ cm}^{-1}$  atau 0,78-1000 nm. Umumnya daerah inframerah terbagi menjadi tiga, yaitu infra merah dekat, inframerah tengah dan infra merah jauh.

Tabel 2. 2 Daerah Spektrum Infra Merah (Chatwal, 1985)

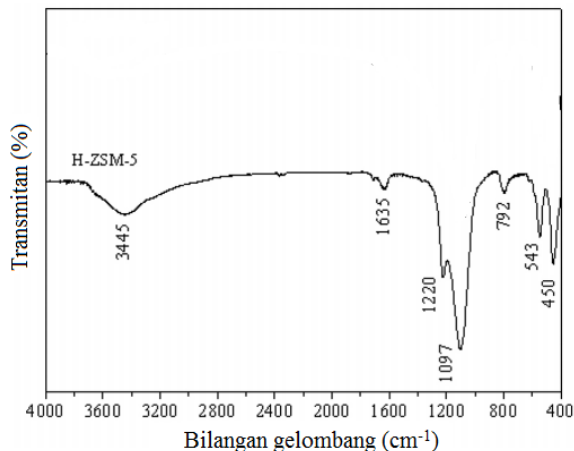
Daerah	Panjang gelombang (μm)	Bilangan gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Frekuensi (Hz)
Dekat	0,78-2,5	12800-4000	3,8x10 <sup>14</sup> – 1,12x10 <sup>14</sup>
Tengah	2,5-5,0	4000-200	1,2x10 <sup>14</sup> -6,0x10 <sup>14</sup>
Jauh	50-100	200-10	6,0x10 <sup>14</sup> -3,0x10 <sup>14</sup>

Spektroskopi IR dapat digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif. Umumnya digunakan untuk identifikasi senyawa organik dengan sifat fisik yang karakteristik untuk setiap senyawa hingga menghasilkan spektrum-spektrum yang khas pada bilangan gelombang 400 hingga 600 cm<sup>-1</sup>. Spektroskopi FTIR dilengkapi dengan teknik transformasi Fourier untuk deteksi dan analisis hasil spektrum. Absorpsi pada FTIR didasarkan pada dua syarat, yaitu kesesuaian frekuensi radiasi. Inframerah dengan frekuensi vibrasional molekul sampel dan perubahan momen dipol selama bervibrasi (Chatwal, 1985).

Proses serapan inframerah sesuai hukum Hooke dimana jumlah energi yang diperlukan untuk meregangkan suatu ikatan bergantung pada tegangan ikatan dan massa atom yang terikat sehingga bilangan gelombangnya dapat dirumuskan sebagai :

$$\nu = \frac{1}{2\pi c} \left\{ \frac{f(m_1 + m_2)}{m_1 m_2} \right\}^{1/2} \quad (2.2)$$

Persamaan tersebut menghubungkan bilangan gelombang sebagai fungsi energi terhadap konstanta gaya dan massa atom yang terkait (Bruce, 2001). Spektrum FTIR ZSM-5 dapat ditunjukkan pada Gambar 2.11.



Gambar 2. 11 Spektrum FTIR ZSM-5 (Caldeira, dkk., 2016)

### 2.7.3 UV-Vis Diffuse Reflectance (UV-Vis DR)

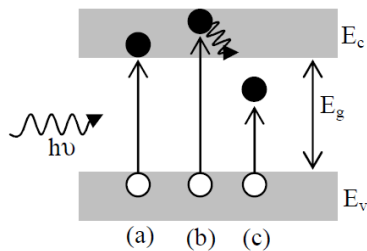
*UV-Vis Diffuse Reflectance* (UV-Vis DR) merupakan perangkat atau alat yang digunakan untuk mengukur energi celah pita, metode DRS didasarkan pada pengukuran intensitas UV-Vis yang direfleksikan oleh sampel. Prinsip kerja dari metode ini adalah material disinari dengan gelombang elektromagnetik, sehingga foton diserap oleh elektron dalam material (Abdullah & Khairurrijal, 2009). Ketika cahaya mengenai suatu bahan maka sebagian akan diserap, dipantulkan dan ditransmisikan. Metode ini memiliki tiga proses pada dasarnya, yaitu absorpsi, emisi spontan dan emisi terimbas (Widyandari & Budiman, 2004). Energi tiap sinar dapat dituliskan sebagai berikut:

$$E = h\nu = h \frac{c}{\lambda} \quad (2.3)$$

Fenomena eksitasi elektron dari keadaan dasar menuju keadaan transisi dapat ditunjukkan pada Gambar 2.12, ketika

semikonduktor disinari maka foton diserap kemudian terbentuk pasangan elektron-hole (a), apabila keadaan yang terjadi adalah  $h\nu = E_g$ . Ketika  $h\nu > E_g$  maka pasangan elektron-hole terbentuk dan kelebihan energi yang tidak digunakan ( $h\nu = E_g$ ) diubah dalam bentuk panas (b). Proses (a) dan (b) merupakan transisi intrinsik (*band to band transition*). Saat  $h\nu < E_g$  maka foton akan diserap, jika terdapat keadaan energi dalam celah terlarang akibat adanya cacat, terjadi transisi ekstrinsik (c). Proses adsorpsi foton menyebabkan transisi elektron dari pita valensi ke pita konduksi dengan energi foton harus sama atau lebih besar dari energi *gap*-nya, dengan frekuensi  $\nu$  berkaitan dengan tepi absorpsi (Widyandari & Budiman, 2004) sebagai berikut :

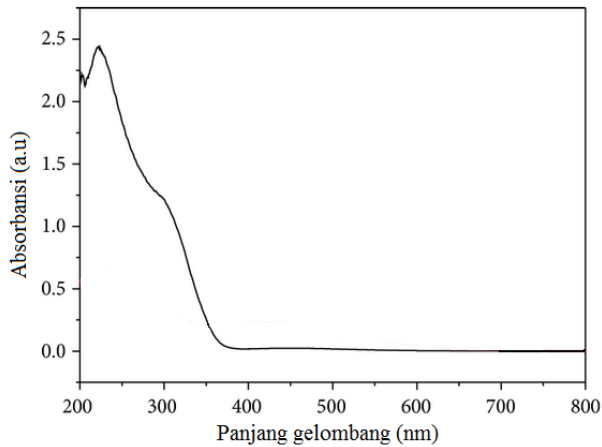
$$\nu \geq \frac{E_g}{h} \quad (2.4)$$



Gambar 2. 12 Transisi dasar dari semikonduktor (Widyandari & Budiman, 2004)

Pada Gambar 2.13 menunjukkan spektra  $\text{TiO}_2$  hasil karakterisasi UVDR pada penelitian yang telah dilakukan Qiu-ye (2014) berada pada panjang gelombang 200-400 nm.



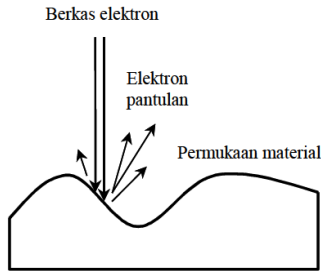


Gambar 2. 13 Spektra UVDRS  $\text{TiO}_2$  (Qiu-ye, dkk., 2014)

#### 2.7.4 *Scanning Electron Microscopy (SEM)*

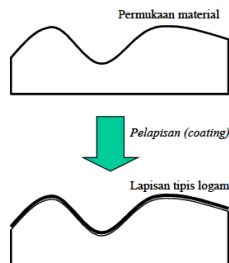
*Scanning Electron Microscopy (SEM)* merupakan metode untuk membentuk bayangan daerah mikroskopi pada permukaan sampel atau penggunaan berkas elektron untuk menggambarkan permukaan benda (Abdullah & Khairurrijal, 2009; Rohaeti, 2009). Cara kerja SEM adalah sinar dari lampu dipancarkan pada lensa kondensor, sebelum masuk pada lensa kondensor, ada pengaturan dari pancaran sinar elektron yang ditembakkan. Sinar yang melewati lensa kondensor diteruskan lensa objektif yang dapat diatur maju dan mundurnya. Sinar yang melewati lensa objektif diteruskan pada spesimen yang diatur miring. Spesimen ini disinari oleh deteksi x-ray seperti pada Gambar 2.14, menghasilkan sebuah gambar yang diteruskan pada layar monitor (Respati, 2008). Suatu berkas elektron berdiameter 5-10 nm yang dilewatkan sepanjang spesimen mengakibatkan adanya interaksi antara berkas elektron dengan spesimen mengakibatkan pemantulan elektron berenergi tinggi, pembentukan elektron sekunder berenergi rendah, penyerapan elektron, pembentukan sinar-X, atau pembentukan sinar tampak

(*cathodeluminescence*). Setiap sinyal yang terjadi dapat dimonitor oleh suatu detektor (Respati, 2008).



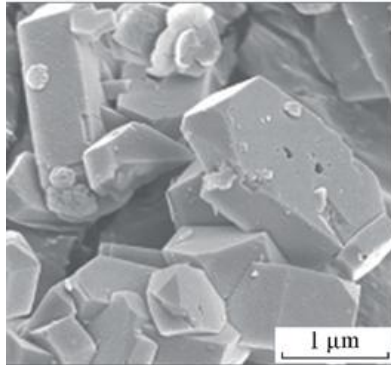
Gambar 2. 14 Berkas elektron berenergi tinggi mengenai permukaan material (Abdullah & Khairurrijal, 2009).

Karakterisasi SEM agar mendapatkan hasil gambar yang tajam yang dilakukan adalah permukaan benda harus bersifat sebagai pemantul elektron atau dapat melepaskan elektron sekunder ketika ditembak dengan berkas elektron. Material yang dapat bersifat demikian adalah material logam. Namun, jika spesimen yang akan dianalisis tidak mampu memantulkan elektron atau melepaskan elektron sekunder maka spesimen perlu dilapisi dengan lapisan logam seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.15 (Abdullah & Khairurrijal, 2009). Logam yang digunakan dapat berupa emas (Au) atau berupa perak (Ag).



Gambar 2. 15 Pelapisan pada permukaan isolator (Abdullah & Khairurrijal, 2009).

Pada Gambar 2.16 ditunjukkan morfologi dari ZSM-5 pada penelitian Wan (2014). Karakterisasi SEM ZSM-5 menunjukkan morfologi bentuk zeolit ZSM-5, yaitu heksagonal.



Gambar 2. 16 Morfologi ZSM-5 (Wan, dkk., 2014)

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## **BAB III**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Alat dan Bahan**

##### **3.1.1 Alat**

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah, gelas beker, pipet tetes plastik, *magnetic stirer*, *stirer*, bola hisap, pipet volume, neraca analitik, oven, *muffle furnace*. Peralatan instrumentasi adalah *X-Ray Diffraction* (XRD Xpert MPD), *Fourier Transformation Infra Red* (FTIR 8400S Shimadzu) , *UV-vis Diffuse Reflectance Spectroscopy* (UVDRS Shimadzu UV-2450), *Scanning Electron Microscopy* (SEM Hitachi Flexsem1000).

##### **3.1.2 Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah ZSM-5 komersial dibeli dari Jiangxi-China dengan Si/Al = 50, Titanium (IV)isopropoksida (Sigma-Aldrich 97%), 2-propanol (Merck, 99%), Aluminium oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

#### **3.2 Prosedur Kerja**

##### **3.2.1 Sintesis komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub>**

Sintesis komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT) pada penelitian ini dilakukan dengan metode sol gel tanpa penambahan air, yaitu 2 ml Titanium (IV)isopropoksida (TTIP) dilarutkan dalam 14 ml pelarut organik (2-propanol) dalam botol pereaksi sebagai prekursor dari TiO<sub>2</sub> 10%, sambil dilakukan pengadukan dengan pengaduk magnetik selama 10 menit. Selanjutnya TTIP yang telah dilarutkan dalam botol pereaksi ditambahkan ZSM-5 sebanyak 5 gram dan diaduk dengan pengaduk magnetik selama 1,5 jam. Campuran yang telah dibuat dikeringkan terlebih dahulu dalam oven pada suhu 80 °C selama 12 jam. Kemudian hasil pengeringan yang telah didapat dilakukan kalsinasi

selama 3 jam menggunakan *muffle furnace* dengan variasi suhu masing-masingnya 300 (ZT300), 400 (ZT400), 500 °C (ZT500).

### **3.3 Karakterisasi Material Hasil Sintesis**

#### **3.3.1 Difraksi Sinar X (XRD)**

Kristalinitas dan struktur kristal komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT) dikarakterisasi dengan XRD yang dilakukan di Laboratorium Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Pola hamburan difraksi didapatkan dengan difraktometer *X-ray* menggunakan radiasi Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5406$  Å), dengan tegangan percepatan dan arus berturut-turut 40 kV dan 40 mA. Analisis dilakukan dengan sudut  $2\theta$  dari 5-50° dengan interval scan 0,020°. Sampel ditempatkan pada holder yang telah disediakan. Hasil karakterisasi berupa data (kurva) antara intensitas puncak difraksi sampel dan sudut  $2\theta$ .

#### **3.3.2 Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR)**

Analisis keberadaan jenis gugus fungsi pada material komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT) dilakukan menggunakan instrumen FTIR di Laboratorium Instrumen Departemen Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya. Spektra FTIR tersebut dideteksi pada bilangan gelombang 400 hingga 4000 cm<sup>-1</sup> menggunakan teknik *Attenuated Total Reflectance* (ATR). Serbuk sampel komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> berkarbon disiapkan melalui penggerusan dengan KBr pada perbandingan 1:9 (sampel:KBr). Penggerusan dilakukan dengan mortar agar tercampur. Kemudian sampel ditempatkan pada *pellet holder*. Pelet yang terbentuk kemudian dimasukkan pada holder FTIR.

#### **3.3.3 *UV-vis Diffuse Reflectance* (UVDR)**

Material ZSM-TiO<sub>2</sub> (ZT) dan referensi, yaitu ZSM-5 dan TiO<sub>2</sub> dikarakterisasi menggunakan UVDR di Laboratorium

Departemen Kimia, Universitas Indonesia (UI) Depok untuk mengetahui panjang gelombang untuk setiap material, sehingga dapat ditentukan nilai energi celah pita setiap material. Pengukuran dilakukan dengan memasukkan sampel kedalam *holder* kemudian dimasukkan dalam alat UV-vis yang telah dilengkapi dengan *Praying Mantis* dan dilakukan pengukuran pada panjang gelombang 200 hingga 800 nm.

#### **3.3.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

Material komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> yang telah disintesis dengan variasi suhu kalsinasi (300, 400, dan 500 °C) dikarakterisasi menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM) di Laboratorium Departemen Teknik Mesin, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya. SEM digunakan untuk mengetahui morfologi permukaan. Karakterisasi dilakukan dengan mengambil sedikit sampel, diletakkan dalam *sample holder* kemudian sampel di *coating* (dilapisi) berupa Au-Pd (emas-paladium) untuk membuat permukaan sampel menjadi konduktif. Selanjutnya sampel yang telah dilapisi dimasukkan dalam *sample chamber*.

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**



## **BAB IV**

### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

#### **4.1 Sintesis Komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub>**

Pada penelitian ini telah berhasil disintesis material komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT), yaitu kombinasi TiO<sub>2</sub> dengan ZSM-5 yang disiapkan dengan *nonaqueous sol gel*. *Nonaqueous sol gel* adalah metode sol gel tanpa penambahan air didalam reaktannya. Metode sintesis sol gel untuk sintesis komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> didasarkan pada Guesh (2015) dan Tawari (2016) dengan menggunakan Titanium Alkoksida dan 2-propanol sebagai prekursor TiO<sub>2</sub> dan dilakukan modifikasi TiO<sub>2</sub> dengan zeolit. Pada penelitian ini dilakukan metode sol gel tanpa penambahan air dalam reaktan, yaitu TTIP dilarutkan dalam 2-propanol dengan perbandingan 1:7 (untuk 10% TiO<sub>2</sub>) dalam botol pereaksi dalam keadaan tertutup seperti yang terlihat pada Gambar 4.1, hal ini dikarenakan senyawa titanium alkoksida, salah satunya TTIP merupakan senyawa yang sangat sensitif dan mudah mengalami hidrolisis, sehingga harus berhati-hati untuk mencegah terjadinya hidrolisis yang cepat. Tanpa penambahan air, proses hidrolisis dan kondensasi dapat terkontrol lebih baik, karena reaksi yang terjadi lebih lambat. Hidrolisis cepat yang terjadi pada TTIP ditandai dengan perubahan warna menjadi putih dan terjadi kondensasi dari cair menjadi butiran kecil berwarna putih, namun ketika TTIP dilarutkan dalam 2-propanol dalam keadaan tertutup, larutan yang dihasilkan tidak berwarna (bening) tidak berubah langsung menjadi putih seperti Gambar 4.1 ketika dilarutkan dan diaduk dengan pengaduk magnetik dalam 2-propanol. Hal ini menunjukkan bahwa proses hidrolisis terjadi lebih lambat.



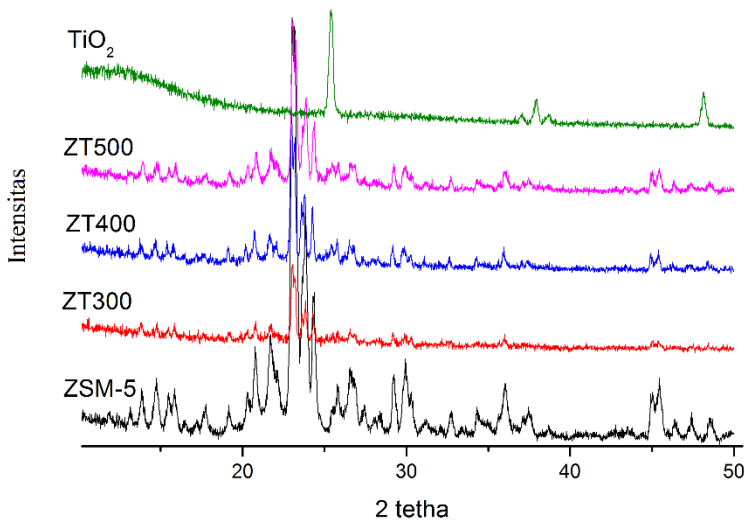
Gambar 4. 1 Mereaksikan TTIP dengan 2-propanol sebagai prekursor  $\text{TiO}_2$

Langkah penting dalam sintesis  $\text{TiO}_2$  dengan prekursor Titanium (IV)Isopropoksida (TTIP) adalah terbentuknya nukleasi homogen selama proses hidrolisis serta pertumbuhan nukleus yang seragam dengan menjamin stabilitas koloid, yaitu dengan sedimentasi agar menjadi struktur *superlattice* yang teratur (Eiden-Assmann, dkk., 2004). Hal tersebut dapat dilakukan dalam prosedur yang sama, kemudian ditambahkan zeolit ZSM-5. Penambahan ZSM-5 kedalam botol reaksi, disertai pengadukan dengan pengaduk magnetik hingga homogen dan membentuk gel. Hasil campuran yang diperoleh berupa gel berwarna putih keruh, kemudian campuran dikeringkan dalam oven pada suhu  $80^\circ\text{C}$  selama 12 jam, hal ini bertujuan untuk menghilangkan pengaruh pelarut dan merupakan proses pengeringan. Setelah proses pengeringan, selanjutnya dilakukan kalsinasi dengan variasi suhu, yaitu 300, 400, dan  $500^\circ\text{C}$ .

## 4.2 Hasil Karakterisasi

### 4.2.1 X-Ray Diffraction (XRD)

Hasil karakterisasi XRD dilakukan pada sudut  $5-50^\circ$  ditunjukkan pada Gambar 4.2 menunjukkan difraktogram hasil sintesis komposit ZSM-5- $\text{TiO}_2$  dengan variasi suhu kalsinasi (300, 400, dan  $500^\circ\text{C}$ ).



Gambar 4. 2 Difraktogram XRD ZSM-5, ZT300, ZT400, ZT500, dan  $\text{TiO}_2$

Hasil difraktogram menunjukkan pola difraksi yang relatif sama, untuk puncak khas ZSM-5, yaitu terdapat pada puncak  $2\theta = 7,97; 8,83; 23,20; 23,82^\circ$ . Puncak difraksi XRD mengalami pergeseran  $2\theta$  untuk setiap variasi suhu kalsinasi yang diberikan yaitu  $23,01^\circ$  (ZT300);  $22,96^\circ$  (ZT400); dan  $23,23^\circ$  (ZT500), pergeseran ini terjadi akibat adanya  $\text{TiO}_2$  dan suhu kalsinasi. Hasil karakterisasi XRD pada ZT menunjukkan kristalinitas mengalami kenaikan ketika suhu kalsinasi meningkat seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1, hal ini dikarenakan suhu kalsinasi yang meningkat akan menyebabkan difusi atom menjadi lebih cepat sehingga mempercepat kristalinitas dan membentuk ukuran kristal yang lebih kecil (Lee, dkk., 2005). Hasil XRD juga menunjukkan fasa  $\text{TiO}_2$  yang terbentuk dalam komposit ZSM-5- $\text{TiO}_2$ , yaitu pada ZT300 tidak menunjukkan puncak khas fasa anatase dari  $\text{TiO}_2$ , namun fasa anatase mulai terbentuk pada ZT400 dan ZT500 yaitu pada  $2\theta =$

25,42° (ZT400) dan 25,48° (ZT500). Hal ini menjelaskan bahwa pada suhu 300 °C fasa kristal dari TiO<sub>2</sub> dikatakan belum terbentuk dan masih dalam fasa amorf untuk TiO<sub>2</sub> meskipun pada proses sintesis ada penambahan TiO<sub>2</sub>, sehingga puncak khas dari fasa kristal pada TiO<sub>2</sub> tidak muncul. Namun semakin meningkatnya suhu kalsinasi yang diberikan, menunjukkan pada suhu 400 dan 500 °C menghasilkan fasa kristal dari TiO<sub>2</sub>, yaitu anatase.

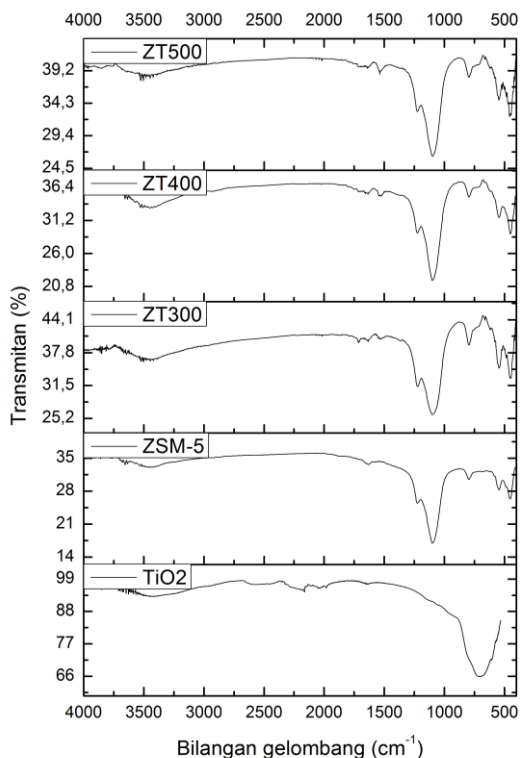
Tabel 4. 1 Kristalinitas dan ukuran kristal komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub>

Material	Kristalinitas (%)	Ukuran kristal (nm)
ZSM-5	100	101,72
ZT300	89,6	72,28
ZT400	93,2	63,26
ZT500	98,4	72,28

#### 4.2.2 Spektrofotometer Infra Merah (FTIR)

Karakterisasi spektrofotometer FTIR dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi pada suatu senyawa. Hasil FTIR pada Gambar 4.3 menunjukkan puncak yang hampir sama dengan ZSM-5, komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT) dengan variasi suhu kalsinasi (300, 400, dan 500 °C) dapat dilihat terdapat puncak serapan antara 3300-3500 cm<sup>-1</sup>, dimana puncak tersebut menunjukkan vibrasi ulur dari gugus -OH. Pada bilangan gelombang sekitar 1600-1656 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi ulur ikatan -COOH, hal ini diperoleh dari Titanium (IV)Isopropoksida (TTIP) yang dilarutkan dalam pelarut organik (Ba-Abbad, dkk., 2012) 2-propanol sebagai prekursor. Vibrasi asimetri Si-O dari ZSM-5 muncul pada frekuensi 1200-900 cm<sup>-1</sup>, hal ini ditunjukkan ZSM-5, ZT300, ZT400, ZT500

pada bilangan gelombang  $1097,53\text{ cm}^{-1}$  dan tidak mengalami pergeseran walaupun adanya pengaruh suhu kalsinasi.



Gambar 4. 3 Spektra FTIR komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> dengan variasi suhu kalsinasi 300, 400, dan 500 °C.

Serapan vibrasi asimetri Si-O tersebut diperkuat dengan munculnya bilangan gelombang  $796,63$  ;  $795,63$  ;  $719$ ;  $794,7\text{ cm}^{-1}$  untuk ZSM-5, ZT300, ZT400, dan ZT500 . Adanya puncak antara  $450$  dan  $800\text{ cm}^{-1}$  juga merupakan vibrasi ulur Ti-O, hal ini menunjukkan bahwa pada setiap suhu kalsinasi (300, 400, 500 °C) telah terbentuk TiO<sub>2</sub> dan memiliki puncak serapan antara  $450$  dan  $800\text{ cm}^{-1}$  (Ba-Abbad, dkk., 2012). Selain itu, puncak penting dari

ZSM-5 yang muncul pada bilangan gelombang 451,36 dan 543,94  $\text{cm}^{-1}$  merupakan vibrasi tekuk Si-O atau Al-O (*T-O*) dan vibrasi cincin ganda (Khatamian, dkk., 2010) mengalami pergeseran seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1 , hal tersebut menunjukkan bahwa telah terbentuknya komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub>.

Tabel 4. 2 Puncak serapan FTIR

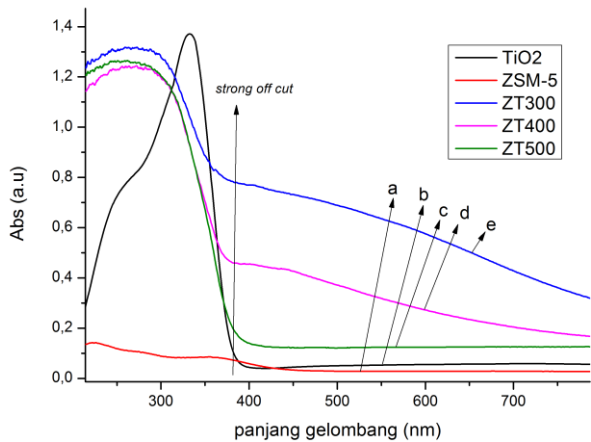
Gugus Fungsi	Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )				
	TiO <sub>2</sub>	ZSM-5	ZT 300	ZT 400	ZT 500
Vibrasi ulur -OH	3506.70	3450.77	3464.27	3485.49	3462.34
Vibrasi tekuk -OH	1545.03	1566.25	1527,67	1527,67	1535,39
Vibrasi tekuk <i>T-O</i>	422.45	451.36	447,5	449,43	447,5
Vibrasi cincin ganda	-	543.94	543,94	542,02	545,87

Hasil karakterisasi FTIR yang telah dijelaskan, menunjukkan bahwa telah terbentuknya komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> pada masing-masing suhu kalsinasi, sehingga karakterisasi FTIR ini mendukung pernyataan pada karakterisasi XRD dimana pada suhu kalsinasi 300 °C terdapat TiO<sub>2</sub> didalamnya, meskipun pola XRD yang ditunjukkan tidak menunjukkan puncak khas kristal TiO<sub>2</sub> yaitu amorf.

#### 4.2.3 *UV-vis Diffuse Reflectance (UVDR)*

Karakterisasi UVDR pada penelitian ini dilakukan untuk mengetahui nilai energi celah pita (*bandgap*) yang dihasilkan dari komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> yang telah disintesis. Gambar 4.4 menunjukkan terjadinya pergeseran panjang gelombang pada *strong off cut* antara TiO<sub>2</sub> murni dengan komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub>. Pergeseran mengarah ke panjang gelombang lebih pendek dibandingkan dengan sampel yang hanya mengandung TiO<sub>2</sub> sehingga energi celah pita

yang didapatkan lebih besar, seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.3. Nilai energi celah pita (*band gap*) didapat dengan menentukan daerah linier *strong cut off* melalui grafik dengan menghubungkan antara panjang gelombang dengan absorbansi, sehingga didapatkan nilai panjang gelombang optimum untuk masing-masing.



Gambar 4. 4 Hasil Karakterisasi UVDRS (a)ZSM-5 (b)TiO<sub>2</sub> (c)ZT500 (d)ZT400 (e)ZT300.

Tabel 4. 3 Energi Celah Pita (*bandgap*) hasil komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub>

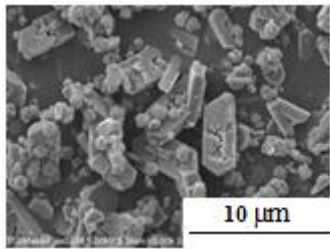
Material	Energi Celah Pita (eV)	Panjang gelombang (nm)
TiO <sub>2</sub>	3,19	387,9
ZT300	3,36	368,5
ZT400	3,33	372,5
ZT500	3,19	388,3

Spektra UVDR menjelaskan bahwa pengaruh suhu kalsinasi terhadap komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> (ZT) hanya menyerap pada daerah UV, yaitu <400 nm. Tabel 4.3 menunjukkan bahwa adanya perubahan energi celah pita semakin meningkat dibandingkan dengan TiO<sub>2</sub> murni, yaitu pada ZT300 dan ZT400 mengalami pergeseran panjang gelombang lebih pendek dan menghasilkan energi celah pita yang lebih tinggi, namun pada ZT500 terjadi pergeseran panjang gelombang lebih besar daripada ZT300 dan ZT400 sehingga energi celah pita yang dihasilkan lebih kecil. Hasil karakterisasi UVDR yang telah dijelaskan, menunjukkan bahwa adanya ZSM-5 sebagai material pendukung (*support*) dan suhu kalsinasi dapat mempengaruhi nilai energi celah pita.

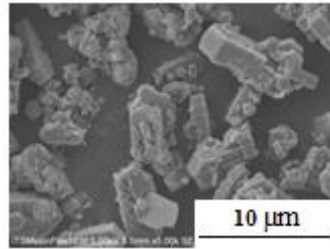
#### **4.2.4 Scanning Electron Microscopy (SEM)**

Karakterisasi material komposit ZSM-5-TiO<sub>2</sub> dengan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi dari kombinasi TiO<sub>2</sub> dan ZSM-5, yaitu ZSM-TiO<sub>2</sub> (ZT) dengan adanya pengaruh variasi suhu kalsinasi (300, 400, dan 500 °C) yang diberikan pada material, dapat dilihat pada Gambar 4.5, adanya pengaruh suhu kalsinasi tidak terlalu mempengaruhi perubahan morfologi material komposit secara signifikan. Identifikasi SEM menunjukkan bentuk ZSM-5 komersial rasio Si/Al 50, yaitu heksagonal. Pengaruh suhu dan adanya TiO<sub>2</sub> menunjukkan partikel-partikel saling bertumpukan satu sama lain dibandingkan dengan gambar 4.5a, yaitu ZSM-5 saja.

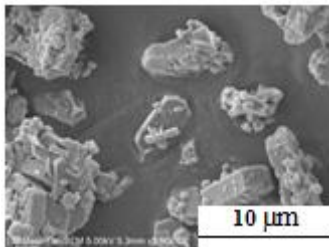




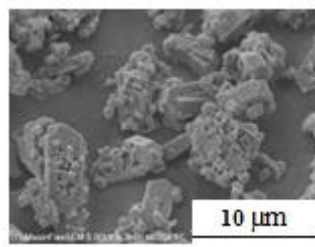
(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar 4. 5 Karakterisasi SEM (a)ZSM-5 komersial Si/Al 50 (b)ZT300 (c)ZT400 (d)ZT500.

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## **BAB V**

### **KESIMPULAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

Berdasarkan penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa modifikasi 10 %  $\text{TiO}_2$  pada ZSM-5 menjadi komposit ZSM-5- $\text{TiO}_2$  (ZT) dengan variasi suhu kalsinasi 300, 400, dan 500 °C, menunjukkan bahwa kristalinitas meningkat diikuti dengan meningkatnya suhu kalsinasi, fasa struktur  $\text{TiO}_2$  mulai terbentuk pada suhu 400 °C yaitu pada  $2\theta = 25,42^\circ$  (ZT400) dan  $25,48^\circ$  (ZT500) dan nilai energi celah pita yang dihasilkan semakin meningkat pada ZT300 (3,36 eV), ZT400 (3,33 eV) dan ZT500 (3,19 eV) dibandingkan dengan  $\text{TiO}_2$  murni.

#### **5.2 Saran**

Saran untuk penelitian selanjutnya, yaitu perlu dilakukan termal analisis untuk mengetahui stabilitas termal material, SEM-EDX, dan dilakukan uji fotokatalis dengan melakukan aplikasi untuk mengetahui efisiensi material sebagai fotokatalis.

**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M. & Khairurrijal, 2009. Karakterisasi Nanomaterial. *J. Nanosains dan Nanoteknologi*, 2(1), pp. 11-14.
- Aliah, H.; Nurasiah, A. E.; Karlina, Y.; Arutanti, O.; Mastumi; Sustini, E.; Budiman, M.; Abdullah, M., 2012. *Optimasi Durasi Pelapisan Katalis TiO<sub>2</sub> pada Permukaan Polimer Polipropilen serta Aplikasinya dalam Fotodegradasi Larutan Metilen Biru*. Bandung, Prosiding Seminar Nasional Material Fisika-ITB.
- Ba-Abbad, M. M.; Kadhum, A. A.H.; Mohamad, A. B.; Takriff; Sopian, K., 2012. Synthesis and catalytic activity of TiO<sub>2</sub> nanoparticles for photochemical oxidation of concentrated chlorophenols under direct solar radiation. *Int. J. Electrochem. Sci*, 7(6), pp. 4871-4888.
- Banerjee, S.; Gopal, J.; Muraleedharan, P.; Tyagi, A.; Raj; Baldev, 2006. Physics and Chemistry of Photocatalytic Titanium Dioxide: Visualization of Bactericidal Activity Using Atomic Force Microscopy. *Journal of Current Science*, 90(10), pp. 1378-1383.
- Bekkum, H. V.; Flanigen, E. M.; Jansen, J.C., 1991. *Introduction to Zeolite Science and Practice*, Belanda: Elsevier.
- Brinker, C.; Scherer; George, W., 1990. *Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. London: Academic Press, Inc.
- Bruice, P., 2001. *Organic Chemistry*. Pretice Hall: New Jersey.
- Caldeira, Vinícius; Santos, Anne; Pergher, Sibele; Costa, Maria; Araujo, Antonio, 2016. Use Of A Low-Cost Template-

- Free ZSM-5 For Atmospheric Petroleum Residue Pyrolysis. *Quim. Nova*, 39(3), pp. 292-297.
- Cargnello, Matteo; Gordon, Thomas R.; Murray, Chistoper B., 2014. Solution-Phase Synthesis of Titanium Dioxide Nanoparticles and Nanocrystals. *Chem. Rev.*
- Castellote, M.; Bengtsson, N-Y. Ohama; D.V., Gemert, 2011. *Application of Titanium Dioxide Photocatalysis to Construction Materials*. Boca Roton: CRC Press.
- Chatwal, G., 1985. *Atomic and Molecular Spectroscopy*. New York: Mc Graw Hill Book Company.
- Chen, Z.; Meng, H.; Xing, G.; Yuan, H.; Zhao, F.; Liu, R., 2008. Age-Related Differences in Pulmonary and Cardiovascular Responses to SiO<sub>2</sub> Nanoparticle Inhalation: Nanotoxicity has Susceptible Population. *Enviromental Science and Technology*, Volume 42, pp. 8985-8992.
- Choi, J.; Park, H.; Hoffman, M. R., 2009. Combination Doping of TiO<sub>2</sub> with Platinum (Pt), Chromium (Cr), Vanadium (V), and Nickle (Ni) to Achieve Enhanced Photocatalytic Activity with Visible Light Irradiation. *Journal of Materials Research*, Volume 25, pp. 149-158.
- Chong, M. N.; Tneu, Z. Y.; Poh, P. E.; Jin, B.; Aryal, R., 2015. Synthesis, Characterisation and Application of TiO<sub>2</sub>–Zeolite Nanocomposites for The Advanced Treatment of Industrial Dye Wastewater. *Journal of Tiwan Institute of Chemical Engineers*, Volume 50, pp. 288-296.

- Effendi, M., 2012. *Analisis Sifat Optik Lapisan TiO<sub>2</sub> Doping Nitrogen yang Disiapkan dengan Metode Spin Coating*. s.l., Prosiding Pertemuan Ilmiah.
- Eiden-Assmann, S.; Widoniak, J.; Maret, G., 2004. Synthesis and Characterization of Porous and Nonporous Mododisperse Colloidal TiO<sub>2</sub> Particles. *Chem. Matter*, Volume 16, pp. 6-11.
- Fatimah, I., 2009. Dispersi TiO<sub>2</sub> Kedalam SiO<sub>2</sub>-Montmorillonit :Efek Jenis Prekursor. *Jernal Penelitian Saintek*, 14(1).
- Feinle, A.; Elsaesser, M.; Husing, N., 2015. Sol-Gel Synthesis of Monolithic Materials with Hierarchical Porosity. *Journal of Chemistry Society Reviews*, Volume 12, pp. 3377-3399.
- Fujishima, A.; Zhang, X.; Tryk, D. A., 2008. Photocatalysis and Related Surface Phenomena. *Surf. Sci.*, Volume 63, pp. 515-582.
- Hadiyawarman, Nuryadin, B. W. & Khairurrijal, 2008. Fabrikasi Material Nanokomposit Superkuat, Ringan dan Transparan Menggunakan Metode Simple Mixing. *Nanosains & Teknologi*, 1(1).
- Hanaor, D. A. & Sorrell, C. C., 2011. Review of The Anatase to Rutile Phase Transformation. *Journal of Materials Science* , Volume 46, pp. 855-874.
- Hartanto, D.; Saputro, O.; Utomo, W.; Rosyidah, A.; Sugiarto, D.; Ersam, T., 2016. Synthesis of ZSM-5 Directly from Kaolin without Organic Template: Part-1 : Effect of Crystallization Time. *Asian Journal of Chemistry*, 28(1), pp. 211-215.

- Hartati, H., Widati, A., Setyawati, H. & Fitri, S., 2016. Preparation of Hierarchical ZSM-5 from Indonesian Kaolin by Adding Silica. *J. Chemical Technology*, Volume 28, No. 1, pp. 87-90.
- Hench, L. & West, J., 1990. The Sol-Gel Process. *Chemical Review*, Volume 90, pp. 33-72.
- Howard, M., Sabine, T. M. & Dicson, F., 1991. Structure and thermal parameters for rutile and Anatase. *Acta Crystallographica*, pp. 426-468.
- Khatamian, M., Hashemian, S. & Sabaee, S., 2010. Preparation and photo-catalytic activity of nano-TiO<sub>2</sub>=ZSM-5 composite. *Matt. Sci in Semiconductor Processing*, Volume 13, pp. 156-161.
- Kokotailo, G., Lawton, S., Olson, D. & Meier, W., 1978. Structure of Synthetic Zeolite ZSM-5. *Nature*, Volume 272, pp. 437-438.
- Lee, H. S., Woo, C. S. & Youn, 2005. Band Gap Modulation of TiO<sub>2</sub> and its Effect on the Activity in Photocatalytic Oxidation of 2-Isopropyl-6-Methyl-4-Pyrimidinol. *Topics in Catalysis*, Volume 35, pp. 3-4.
- Londeree, D., 2002. *Silica-titania Composites for Water Treatment*, s.l.: University of Florida..
- Matthews, S. G., 1992. *Partial Metric Spaces, Research Report 212*, United Kingdom: Departement of Computer Science, University of Warwick.
- Okamoto, K. I. et al., 1985. Heterogeneous photocatalytic decomposition of phenol over TiO<sub>2</sub> powder. *Bull. Chem. Soc. Jpn*, Volume 58, pp. 2015-2022.

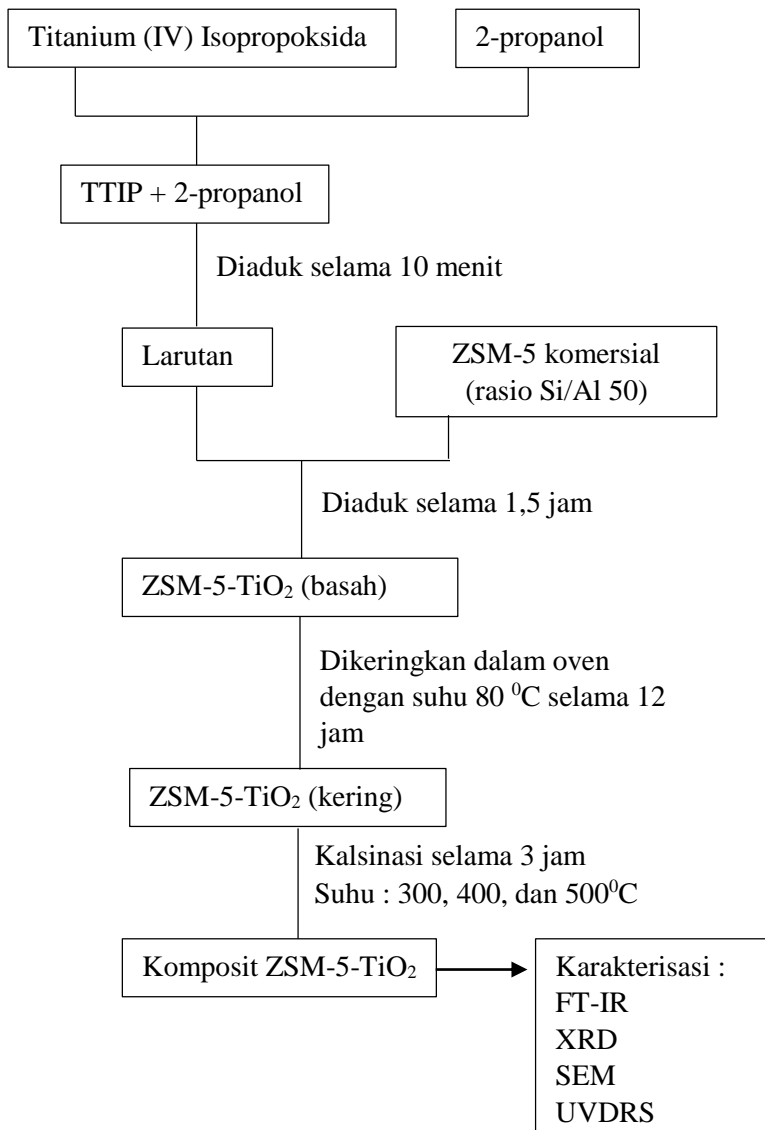


- Ozawa, T. C. & Kang, S. J., 2004. Balls and Sticks: Easy-to Use Structure Visualisasi and Animation Creating Program. *J. Appl. Cryst*, Volume 37, p. 679.
- Qiu-ye, L. et al., 2014. Photocatalytic Reduction of CO<sub>2</sub> to Methane on Pt/TiO<sub>2</sub> Nanosheet Porous Film. *Adv. Condensed Matter Physics*, pp. 1-6.
- Rahman, S dan Toifur, M, 2016. Rancangan Eksperimen Analisis Struktur Mikro Sampel dengan Prinsip XRD Menggunakan Metode Kristal Berputar. *JRKPF UAD*, 3(1).
- Respati, S. M., 2008. Macam-macam Mikroskop dan Cara Penggunaan. *Momentum*, 4(2), pp. 42-44.
- Rohaeti, 2009. *rosiding Smeinar Nasional Penelitian, Pendidikan dan Penerapan MIPA*. Yogyakarta, Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta, K-248-257.
- Schneider, J. et al., 2014. Understanding TiO<sub>2</sub> Photocatalysis : Mechanism and Materials. *Chem. Reviews*, Volume 114, pp. 9919-9986.
- Sitorus, V., 2013. *Uji Fotokatalis Bahan TiO<sub>2</sub> - SiO<sub>2</sub> Pada Methylene Blue Sebagai Fungsi Variasi Perbandingan Molar*, Lampung: Fisika, FMIPA- Universitas Lampung.
- Tanaka, K., Capule, M. & Hisanaga, 1991. Effect of Cristallinity of TiO<sub>2</sub> on its Photocatalytic Action. *Chemical Physics Letters*, Volume 187, pp. 73-76.
- Tawari, A., Einicke & Glaeser, R., 2016. Photocatalytic Oxadation of NO over Composites of Titanium Dioxide and Zeolit ZSM-5. *Catalysts*, 31(6).

- Wan, H., Zhang, X. & Zhang, R., 2014. Synthesis of High Performance ZSM-5-L Composite Zeolite and Its Catalytic Properties for n-Pentane Aromatization. *Chem Journal of Chinese Universities*, 35(10), pp. 2220-2226.
- Widyandari, H. & Budiman, M., 2004. Berkala Fisika. 7(1), pp. 28-34.
- Zhang, J. L. et al., 2000. Photocatalytic decomposition of NO on Ti-HMS mesoporous zeolite catalysts. *Catal Lett*, Volume 66, pp. 241-243.
- Zhang, J., Yupeng, Z., Lei & Chunxu, P., 2011. Photocatalytic and Degradation of Anatase TiO<sub>2</sub>: a HRTEM Study. *Catal Sci. Technol*, Volume 1, pp. 273-278.
- Zhang, Y. W. A. a. R. A., 2001. Mesoporous Structure and Phase Transition Of Nanocrystalline TiO<sub>2</sub>. *Materials Letters*, Volume 3429.
- Zhuang, Yangbin; Song, Hai-Yan; Li, Gang; Xu, Yi-Jun, 2010. Ti-HMS as a single-site photocatalyst for the gas phase degradation of benzene. *Materials Letters*, 64(22), pp. 2491-2493.

## LAMPIRAN

### A. Skema Kerja Sintesis ZSM-5-TiO<sub>2</sub>



## B. Perhitungan

### B.1 Komposisi Bahan Penelitian

Titanium(IV) Isopropoxide (TTIP)

Mr = 284,22 g/mol

Density = 0,96 g/cm<sup>3</sup>

Mr TiO<sub>2</sub> = 79,866 g/mol

### B.2 Perhitungan Massa Prekursor

1g TIP setara dengan 0,28g TiO<sub>2</sub> (dari perhitungan stokiometri)

$$\% \text{TiO}_2 = \frac{\text{massa TiO}_2}{\text{massa TiO}_2 + \text{massa zeolit}}$$

Untuk 10 % TiO<sub>2</sub> pada ZSM-5

$$0,10 = \frac{x}{x + 5 \text{ gram}}$$

$$0,1x + 5 = x$$

$$9,9x = 5$$

$$x = 0,50 \text{ gram TiO}_2$$

Sehingga 0,5 gram TiO<sub>2</sub> dilapiskan pada 5 gram ZM-5

$$\text{mol TiO}_2 = \frac{\text{massa TiO}_2}{\text{Mr TiO}_2} = \frac{0,5 \text{ gram}}{79,866 \text{ g/mol}}$$

$$\text{mol TiO}_2 = 0,006 \text{ mol (mol TiO}_2 \text{ setara dengan mol TTIP)}$$

$$\text{mol TTIP} = 0,006 \text{ mol}$$

$$\text{massa TTIP} = \text{mol} \times \text{Mr}$$

$$= 0,006 \text{ mol} \times 284,22 \text{ g/mol} = 1,797 \text{ gram}$$

$$\text{Volume TTIP} = \frac{\text{massa}}{\text{densitas}} = \frac{1,797 \text{ gram}}{0,96 \text{ g/cm}^3} = 1,87 \text{ mL} \approx 2 \text{ ml}$$

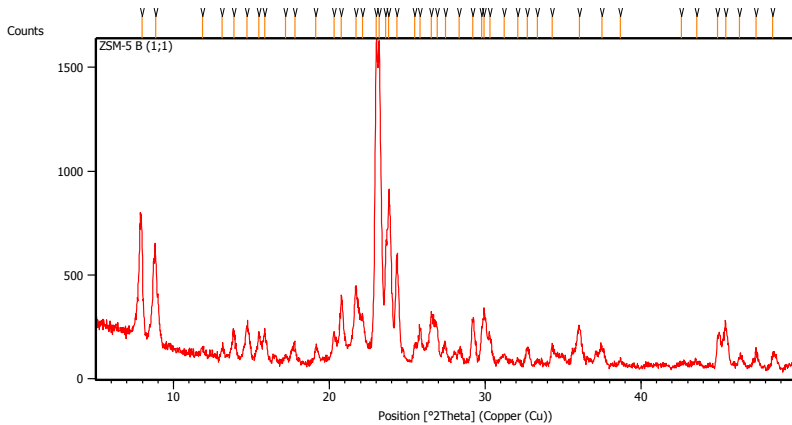
TTIP : 2-propanol (1:7) = 2 mL : 14 mL

2 ml TTIP dilarutkan dalam 14 ml 2-propanol.

## C. Hasil Karakterisasi

### C1. XRD

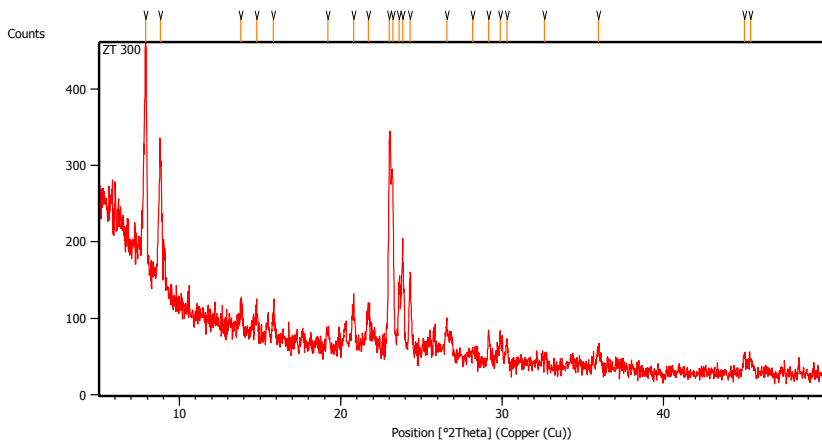
#### ZSM-5 Komersial



Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
7.9763	462.21	0.1840	11.08460	29.77
8.8360	434.58	0.2007	10.00795	27.99
11.8697	26.99	0.2676	7.45607	1.74
13.1225	39.86	0.1338	6.74691	2.57
13.8671	110.60	0.1673	6.38625	7.12
14.7044	148.65	0.2342	6.02442	9.57
15.4690	129.57	0.0836	5.72835	8.35
15.8454	136.28	0.1673	5.59309	8.78
17.2021	30.80	0.2007	5.15493	1.98
17.7754	88.23	0.1338	4.98993	5.68
19.1284	75.18	0.2007	4.63993	4.84
20.2863	146.20	0.0836	4.37764	9.42
20.7658	328.57	0.0836	4.27763	21.16
21.7096	347.19	0.1004	4.09374	22.36
22.1438	234.23	0.1338	4.01445	15.09
23.0012	1515.42	0.1171	3.86671	97.61
23.2080	1552.46	0.0836	3.83272	100.00

23.6317	584.94	0.0502	3.76495	37.68
23.8216	837.59	0.0836	3.73536	53.95
24.3388	511.54	0.1004	3.65715	32.95
25.4750	90.79	0.1338	3.49655	5.85
25.8291	173.01	0.1338	3.44942	11.14
26.5352	236.04	0.2342	3.35921	15.20
26.9205	182.82	0.1673	3.31200	11.78
27.4398	103.03	0.1673	3.25049	6.64
28.3267	64.46	0.2342	3.15070	4.15
29.2138	217.69	0.2007	3.05702	14.02
29.7848	176.46	0.1338	2.99970	11.37
29.9430	252.47	0.1673	2.98421	16.26
30.3220	132.14	0.1673	2.94777	8.51
31.2100	52.84	0.3346	2.86590	3.40
32.1071	28.23	0.2007	2.78784	1.82
32.7058	82.57	0.2342	2.73817	5.32
33.3432	24.84	0.2342	2.68726	1.60
34.3101	96.88	0.1004	2.61371	6.24
36.0707	181.69	0.2007	2.49008	11.70
37.5158	84.61	0.3346	2.39741	5.45
38.6989	34.02	0.2007	2.32681	2.19
42.5947	16.78	0.4015	2.12258	1.08
43.5952	24.80	0.4015	2.07616	1.60
44.9085	147.94	0.0612	2.01678	9.53
45.4539	205.84	0.1673	1.99549	13.26
46.3321	43.64	0.2007	1.95969	2.81
47.3973	82.62	0.1004	1.91811	5.32
48.4750	59.26	0.1673	1.87795	3.82

## ZT300

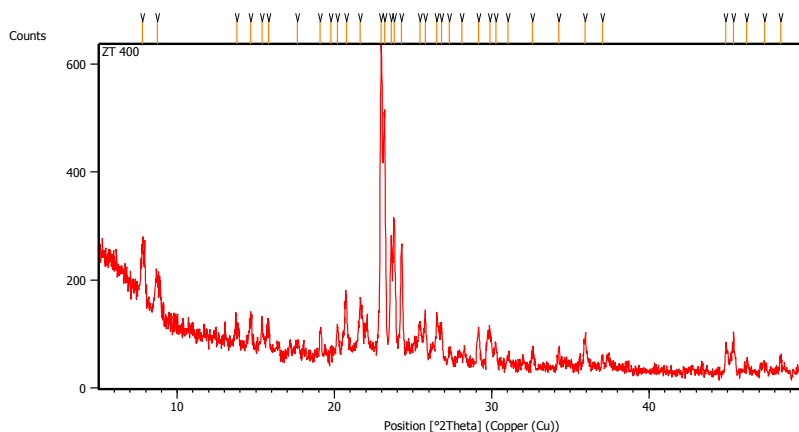


Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
7.9137	284.85	0.1171	11.17212	100.00
8.8200	169.05	0.1673	10.02605	59.35
13.8114	29.10	0.2007	6.41189	10.22
14.7804	26.62	0.2676	5.99363	9.35
15.8232	36.42	0.1338	5.60089	12.78
19.2003	20.67	0.2007	4.62273	7.26
20.7842	55.27	0.1673	4.27388	19.40
21.7241	53.32	0.1338	4.09104	18.72
23.0126	279.81	0.1171	3.86481	98.23
23.2335	228.89	0.1004	3.82857	80.35
23.6101	83.68	0.0836	3.76834	29.38
23.8553	134.01	0.1338	3.73016	47.04
24.3032	108.84	0.1004	3.66242	38.21
26.5647	42.57	0.2676	3.35555	14.94
28.1774	10.72	0.5353	3.16706	3.76
29.1840	40.50	0.1338	3.06007	14.22
29.9045	31.14	0.2007	2.98796	10.93

30.2976	27.86	0.1338	2.95009	9.78
32.6267	7.74	0.4015	2.74462	2.72
35.9685	22.44	0.2007	2.49692	7.88
45.0296	22.78	0.2007	2.01330	8.00
45.4320	20.64	0.2676	1.99640	7.25



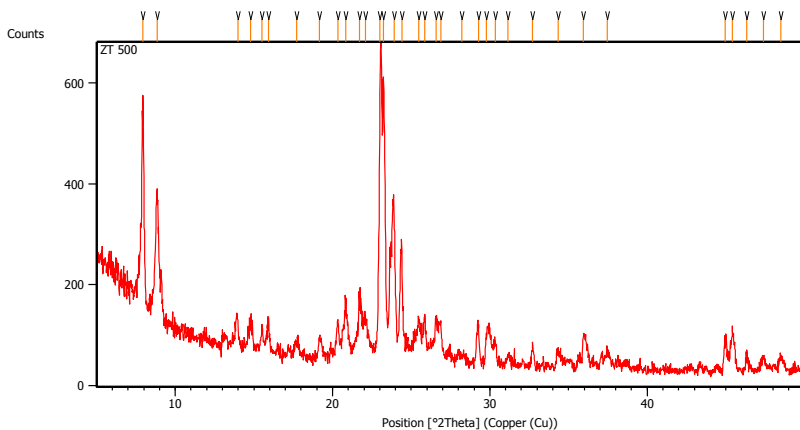
## ZT400



Pos. [ $^{\circ}$ 2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}$ 2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
7.7783	86.18	0.1338	11.36629	16.22
8.7264	59.54	0.2676	10.13343	11.20
13.7909	32.81	0.2676	6.42138	6.17
14.6774	46.35	0.1673	6.03547	8.72
15.3887	53.61	0.1004	5.75807	10.09
15.8068	38.78	0.1673	5.60668	7.30
17.6555	21.84	0.2007	5.02355	4.11
19.0720	43.02	0.1506	4.65352	8.10
19.7740	14.71	0.0836	4.48988	2.77
20.1992	57.17	0.1004	4.39632	10.76
20.7470	102.74	0.1171	4.28146	19.33
21.6407	101.58	0.2007	4.10662	19.11
22.9623	531.43	0.1338	3.87317	100.00
23.1977	462.55	0.1004	3.83440	87.04
23.6284	214.59	0.1171	3.76546	40.38
23.7929	252.04	0.1004	3.73980	47.43
24.2724	209.45	0.1004	3.66700	39.41

25.4254	68.95	0.1004	3.50326	12.97
25.7801	87.40	0.1338	3.45586	16.45
26.5075	77.69	0.1338	3.36266	14.62
26.8041	65.83	0.1004	3.32612	12.39
27.3178	19.00	0.2342	3.26473	3.57
28.1158	14.32	0.4015	3.17386	2.70
29.1546	62.01	0.2007	3.06309	11.67
29.9060	59.25	0.1673	2.98782	11.15
30.2626	40.16	0.1338	2.95342	7.56
31.0462	12.56	0.2007	2.88064	2.36
32.6100	33.25	0.1338	2.74598	6.26
34.2793	37.33	0.1004	2.61599	7.03
35.9254	50.04	0.1338	2.49981	9.42
37.0391	20.83	0.1004	2.42717	3.92
44.8969	57.31	0.0669	2.01894	10.79
45.3724	57.13	0.1673	1.99888	10.75
46.2154	12.67	0.4015	1.96437	2.38
47.3708	12.70	0.3346	1.91912	2.39
48.3786	25.29	0.1004	1.88147	4.76

## ZT500

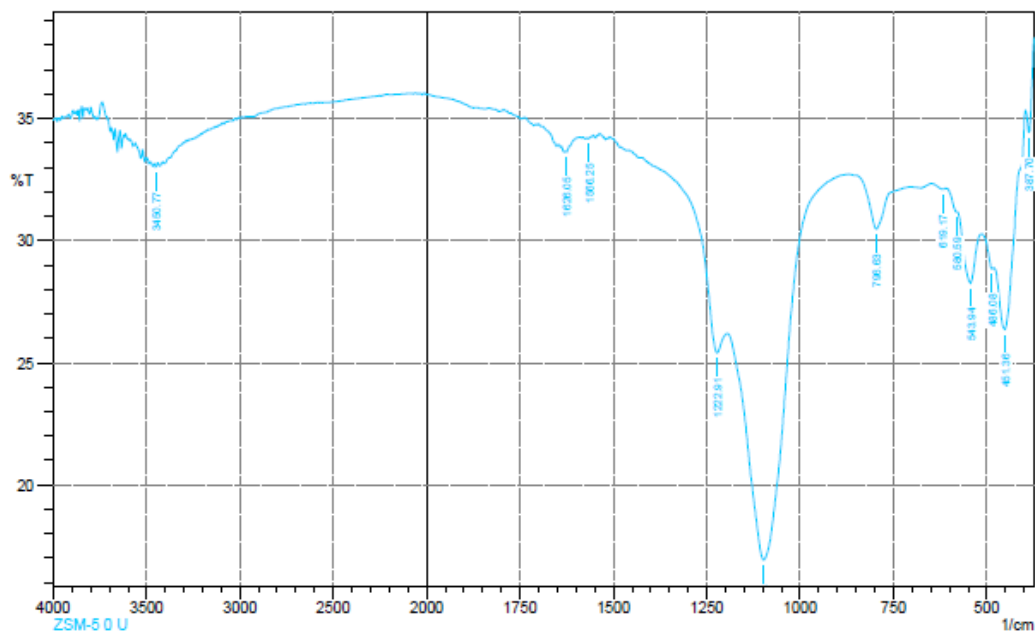


Pos. [°2Th.]	Height [cts]	FWHM Left [°2Th.]	d-spacing [Å]	Rel. Int. [%]
7.9364	353.42	0.1004	11.14021	62.85
8.8478	236.38	0.1673	9.99461	42.03
13.9745	54.28	0.1171	6.33741	9.65
14.7865	47.47	0.2676	5.99117	8.44
15.5182	44.52	0.1338	5.71031	7.92
15.9141	56.63	0.1673	5.56911	10.07
17.7287	27.20	0.2007	5.00298	4.84
19.1687	44.01	0.1673	4.63028	7.83
20.3412	74.10	0.1338	4.36593	13.18
20.8297	119.00	0.1338	4.26464	21.16
21.7277	107.49	0.1673	4.09037	19.11
22.0949	78.98	0.1673	4.02322	14.04
23.0162	552.88	0.1171	3.86421	98.31
23.2356	562.37	0.0669	3.82822	100.00
23.9122	277.64	0.1004	3.72142	49.37
24.3982	232.40	0.1338	3.64838	41.32
25.4802	86.79	0.1673	3.49585	15.43

25.8664	90.71	0.1338	3.44453	16.13
26.5757	90.55	0.1004	3.35418	16.10
26.8703	83.26	0.1004	3.31807	14.80
28.2069	16.76	0.4015	3.16381	2.98
29.2981	67.95	0.1338	3.04841	12.08
29.7901	58.13	0.1338	2.99918	10.34
30.3524	45.90	0.1338	2.94488	8.16
31.1511	19.57	0.2007	2.87118	3.48
32.7256	38.63	0.1673	2.73655	6.87
34.3359	31.82	0.2007	2.61181	5.66
35.9598	63.17	0.1673	2.49750	11.23
37.4827	32.14	0.2007	2.39945	5.71
44.9634	54.52	0.2007	2.01611	9.69
45.4332	77.54	0.2676	1.99635	13.79
46.3273	29.39	0.1004	1.95988	5.23
47.3825	25.37	0.2007	1.91867	4.51
48.5074	22.51	0.2342	1.87677	4.00

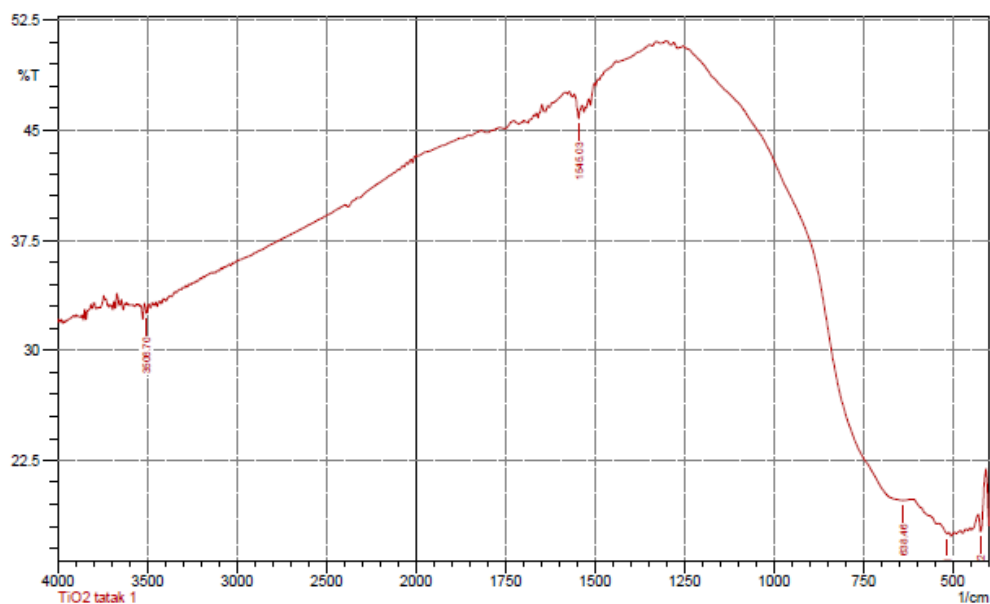
## C2. FTIR

### ZSM-5 Komersial



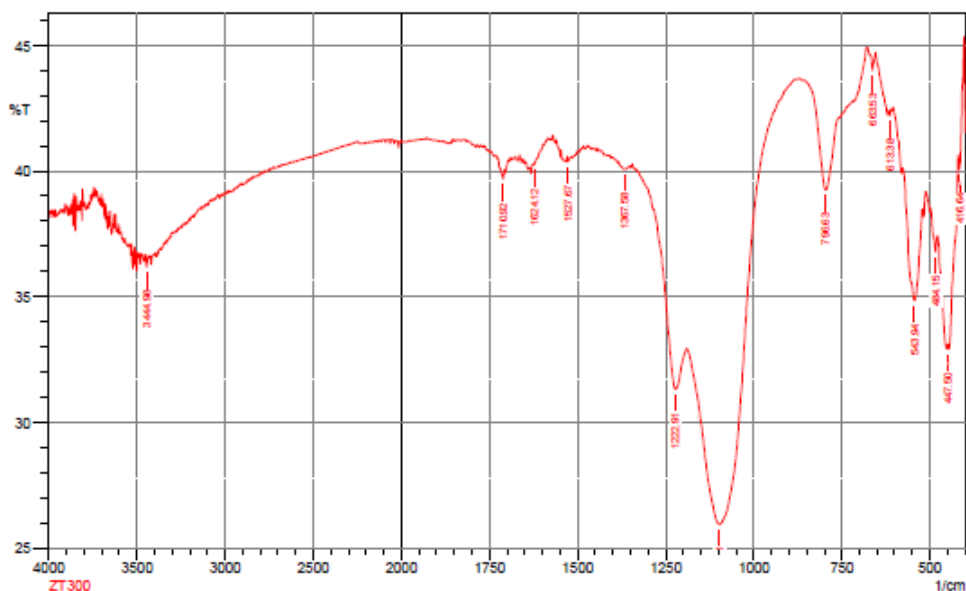
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	387.7	34.432	2.153	397.35	374.2	10.399	0.35
2	451.36	26.375	4.768	480.29	397.35	43.958	2.951
3	486.08	28.846	0.283	513.08	480.29	17.375	0.023
4	543.94	28.267	2.415	578.66	515.01	33.783	1.144
5	580.59	31.177	0.059	611.45	578.66	16.359	-0.021
6	619.17	32.101	0.082	650.03	611.45	18.982	0.017
7	796.63	30.476	2.025	848.71	704.04	72.062	1.325
8	1097.53	16.926	11.251	1193.98	877.64	187.825	20.309
9	1222.91	25.403	1.638	1423.51	1195.91	117.18	0.672
10	1566.25	34.174	0.057	1570.11	1554.68	7.185	0.005
11	1626.05	33.836	0.042	1627.97	1589.4	18.071	-0.032
12	3450.77	33.014	0.167	3458.48	3441.12	8.338	0.021

# TiO<sub>2</sub>



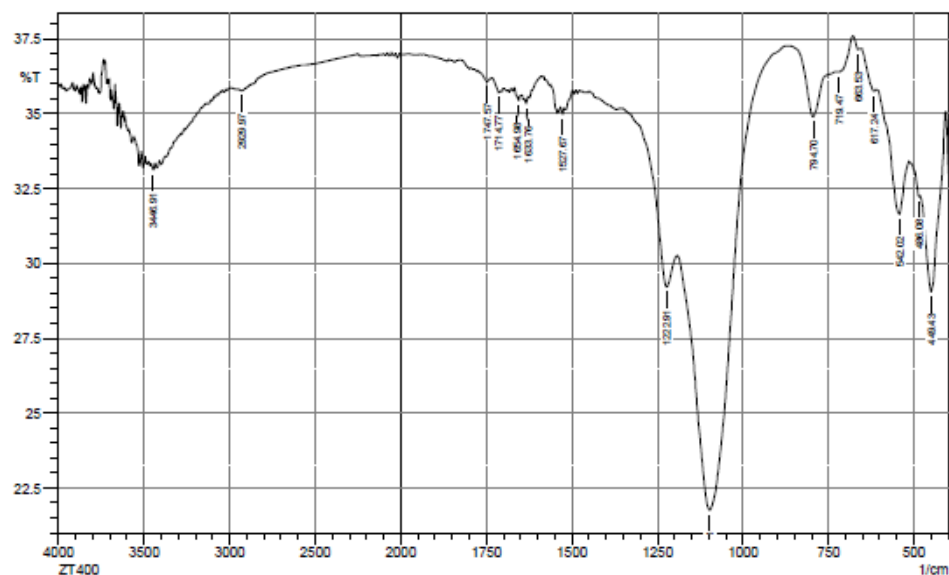
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	422.42	17.657	2.006	428.21	406.99	15.164	0.48
2	515.01	17.486	0.183	540.09	511.15	21.672	0.046
3	638.46	19.768	0.926	1251.84	621.1	291.424	4.069
4	1545.03	45.791	1.243	1558.54	1535.39	7.674	0.105
5	3506.7	32.524	0.675	3516.35	3495.13	10.27	0.109

# ZT300



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	416.64	40.059	1.63	420.5	403.14	6.547	0.171
2	447.5	32.9	0.733	449.43	420.5	12.843	0.331
3	484.15	36.758	0.973	499.58	478.36	9.03	0.107
4	543.94	34.854	4.289	578.66	520.8	25.081	1.609
5	613.38	42.198	0.227	619.17	611.45	2.881	0.007
6	663.53	43.98	0.82	678.97	653.89	8.809	0.07
7	796.63	39.252	3.647	858.35	746.48	42.614	1.565
8	1097.53	25.948	10.25	1190.12	885.36	143.593	16.049
9	1222.91	31.325	3.16	1332.86	1192.05	62.916	1.464
10	1367.58	40.068	0.038	1383.01	1365.65	6.878	0.013
11	1527.67	40.375	0.221	1529.6	1518.03	4.546	0.013
12	1624.12	40.251	0.069	1626.05	1599.04	10.573	0.017
13	1710.92	39.674	0.405	1720.56	1707.06	5.386	0.027
14	3444.98	36.181	0.308	3448.84	3443.05	2.546	0.016

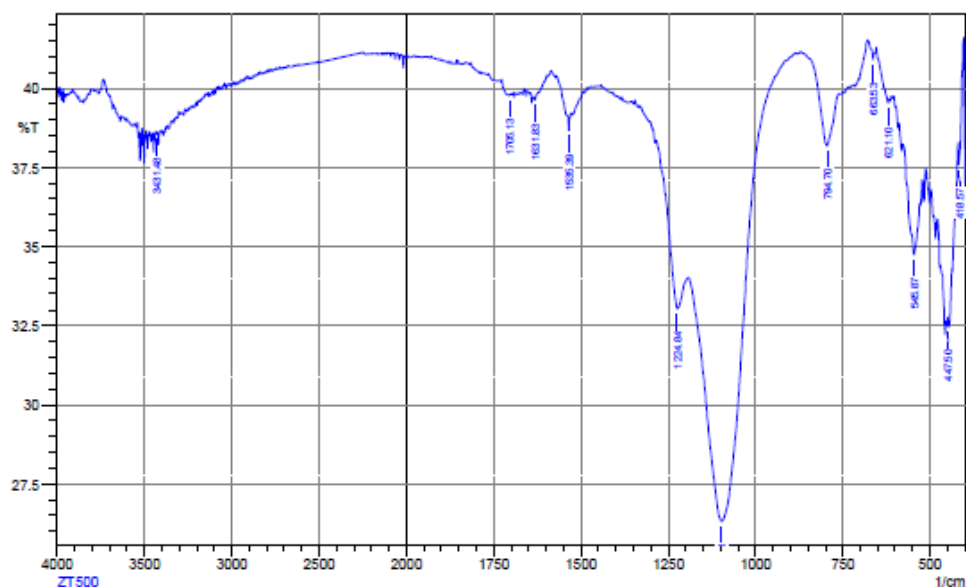
# ZT400



	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	449.43	29.06	4.449	482.22	408.92	37.082	2.423
2	486.08	32.246	0.098	515.01	484.15	14.871	-0.053
3	542.02	31.649	2.457	609.53	515.01	44.868	1.28
4	617.24	35.757	0.288	655.82	609.53	20.353	0.086
5	663.53	37.15	0.172	678.97	655.82	9.91	0.021
6	719.47	36.407	0.056	721.4	678.97	18.411	0.088
7	794.7	34.903	1.934	862.21	727.19	59.572	1.007
8	1097.53	21.766	10.576	1192.05	873.78	167.117	17.137
9	1222.91	29.214	1.94	1352.14	1193.98	77.015	0.891
10	1527.67	34.994	0.212	1533.46	1523.82	4.386	0.013
11	1633.76	35.33	0.19	1637.62	1627.97	4.345	0.01
12	1654.98	35.446	0.161	1660.77	1647.26	6.064	0.009
13	1714.77	35.722	0.05	1735.99	1712.85	10.271	-0.007
14	1747.57	36.086	0.183	1764.93	1735.99	12.774	0.035
15	2929.97	35.778	0.104	2956.97	2862.46	42.083	0.058
16	3446.91	33.129	0.21	3458.48	3435.34	11.077	0.035



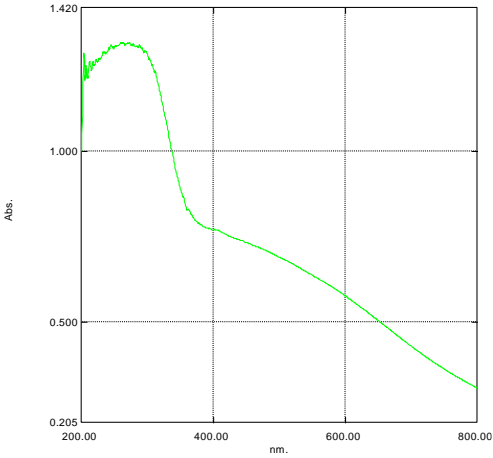
# ZT500



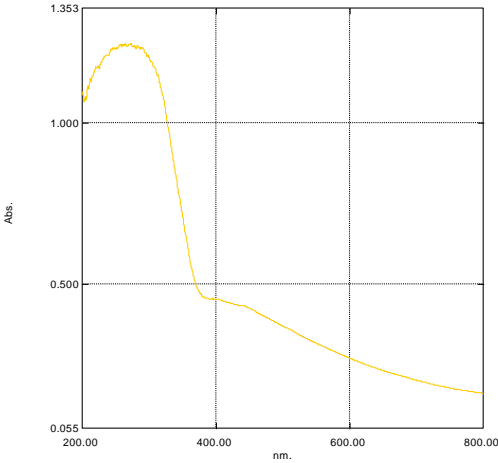
	Peak	Intensity	Corr. Intensity	Base (H)	Base (L)	Area	Corr. Area
1	418.57	37.578	1.081	420.5	403.14	7.047	0.123
2	447.5	32.458	0.608	449.43	428.21	9.917	0.116
3	545.87	34.734	1.915	565.16	528.51	16.469	0.498
4	621.1	39.513	0.238	653.89	619.17	13.705	0.068
5	663.53	40.881	0.513	678.97	653.89	9.649	0.05
6	794.7	38.194	2.091	844.85	759.98	34.303	0.881
7	1097.53	26.326	10.026	1192.05	914.29	133.304	14.537
8	1224.84	33.04	2.468	1282.71	1193.98	40.464	1.149
9	1535.39	38.653	0.768	1570.11	1527.67	17.085	0.102
10	1631.83	39.624	0.134	1633.76	1622.19	4.635	0.005
11	1705.13	39.776	0.115	1726.35	1701.27	10.011	0.047
12	3431.48	38.555	0.065	3435.34	3425.69	3.988	0.003

**C3. UVDRS**

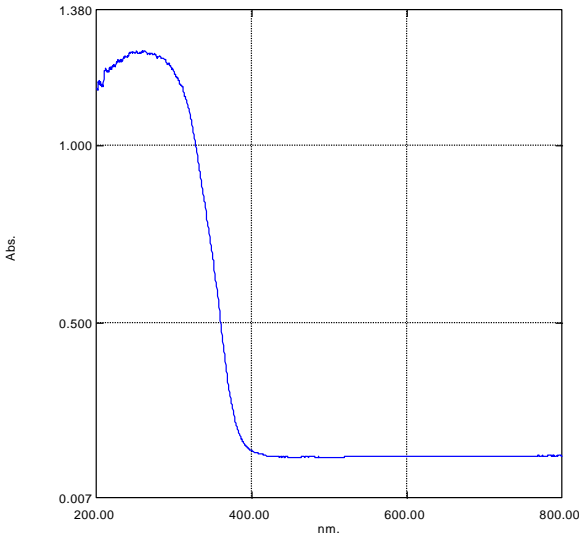
**ZT300**



**ZT400**



**ZT500**



**“Halaman ini sengaja dikosongkan”**

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Dwi Jayanti Putri Maywontiana, dilahirkan di Surabaya, 05 Mei 1996 yang merupakan anak kedua dari tiga bersaudara. Penulis merupakan lulusan dari SMAN 16 Surabaya. Penulis diterima di Departemen Kimia FIA ITS melalui jalur SBMPTN dengan NRP 01211440000062. Selama kuliah, penulis aktif dalam organisasi kemahasiswaan yaitu Himpunan

Mahasiswa Kimia (HIMKA) ITS sebagai *staff* periode 2015/2016 dan sekretaris periode 2016/2017 departemen Riset dan Teknologi (RISTEK). Penulis juga merupakan Trainer Keilmiah ITS *batch* 6 periode 2017/2018. Penulis pernah menjadi peserta PKM-PE terdani DIKTI pada tahun 2014 dan PKM-T terdani 2015, PKM-PE terdani 2017. Penulis juga pernah menjuarai beberapa lomba keilmiah tingkat Nasional, juara 3 Inovasi Bulan K3 Pertamina, Cilacap 2015 dan meraih *Gold Medal* pada *International Young Inventors Award (IYIA)* 3<sup>rd</sup>. Penulis mengambil bidang minat katalis sebagai penelitian Tugas Akhir di bawah bimbingan Dr. Djoko Hartanto, M. Si dalam Laboratorium Kimia Material dan Energi. Kritik dan saran dapat disampaikan kepada penulis melalui email [dwijayanti0505@gmail.com](mailto:dwijayanti0505@gmail.com).